

THESE

présentée devant

L'UNIVERSITÉ DE NANCY I

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGENIEUR

par

Gilbert PORRAL

Ingénieur I.N.S.A.

Etude et mise au point de sondes thermoélectriques permettant la détermination de la température d'un point chaud et sa localisation

Soutenue le 19 Juin 1971 devant la commission d'examen

Président: M. le Professeur

R. FAIVRE

Examineurs: MM. les Professeurs

F. DAVOINE

R. MAINARD

Invité: Monsieur

P. THOME



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551918_0001

THESE

présentée devant

L'UNIVERSITÉ DE NANCY I

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGENIEUR

par

Gilbert PORRAL

Ingénieur I.N.S.A.

Etude et mise au point de sondes thermoélectriques permettant la détermination de la température d'un point chaud et sa localisation

Soutenue le 19 Juin 1971 devant la commission d'examen

Président: M. le Professeur

Examineurs: MM. les Professeurs

Invité: Monsieur

R. FAIVRE

F. DAVOINE

R. MAINARD

P. THOME



A la mémoire de ma mère,

A la mémoire de ma mère,

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au LABORATOIRE D'ETUDES PHYSIQUES DES MATERIAUX A HAUTES TEMPERATURES de L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE LA METALLURGIE ET DE L'INDUSTRIE DES MINES DE NANCY, en collaboration avec la SECTION DES TECHNIQUES AVANCEES du CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES de SACLAY dont l'apport matériel et financier fut précieux.

Je témoignerai ici de ma profonde gratitude à Monsieur le Professeur F. DAVOINE, Directeur de l'E.N.S.M.I.M. pour les encouragements et les conditions de travail qu'il m'a procurés. Grâce à lui, j'ai pu faire, par ailleurs, l'expérience enrichissante de l'enseignement.

Je remercie très vivement Monsieur le Professeur R. FAIVRE, Directeur du LABORATOIRE DE PHYSIQUE DE L'ETAT METALLIQUE de l'E.N.S.M.I.M., d'avoir bien voulu examiner cette étude et de me faire l'honneur d'accepter la présidence du jury.

C'est Monsieur P. THOME, Conseiller Technique à la Société BABCOCK-ATLANTIQUE, qui fut l'un des instigateurs de ce projet alors qu'il était Chef de la SECTION DES TECHNIQUES AVANCEES du C.E.N. SACLAY. Qu'il trouve ici l'expression de mes sentiments reconnaissants.

Monsieur le Professeur R. MAINARD, Directeur de l'I.U.T. de NANCY a accepté avec une grande amabilité d'examiner ce travail et je l'assure de mes sincères remerciements.

Mon Ami G. MATTEUDI, Maître-Assistant à l'E.N.S.M.I.M., m'a initié à la recherche et m'a constamment fait bénéficier de son expérience et de ses conseils au cours de discussions quotidiennes. Je tiens à lui exprimer ma cordiale reconnaissance.

Je remercie également mes Camarades, Chercheurs et Techniciens, ainsi que la Secrétaire du Laboratoire pour l'aide sympathique et indispensable qu'ils m'ont apportée.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

Première Partie : PRINCIPE DU DISPOSITIF DE MESURE - ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET THEORIQUE

I- PRINCIPE DU DISPOSITIF

I-1 Mesure de température

I-2 Mesure de distance

II- CHOIX DES MATERIAUX

II-1 Choix des fils métalliques

II-2 Choix de la substance intermédiaire

II-2-1 Sélection du matériau

II-2-2 Etude de la zircone stabilisée

III- ETABLISSEMENT D'UN MODELE THEORIQUE

III-1 Rappels sur la thermoélectricité

III-1-1 L'effet Seebeck

III-1-2 L'effet Peltier

III-1-3 L'effet Thomson

III-1-4 Relations entre ces différents effets thermiques

III-1-5 Lois des effets thermoélectriques

III-1-6 Utilisation des thermocouples

III-1-7 Caractérisation d'un thermocouple

III-2 Modèle théorique proposé pour les sondes thermiques

III-2-1 Introduction

III-2-2 Schéma électrique équivalent

III-2-3 Calcul de la f.e.m. fournie par le dispositif

III-2-4 Application numérique

III-2-5 Etude systématique du modèle théorique

III-2-6 Conclusion de l'étude théorique

Deuxième Partie : RESULTATS EXPERIMENTAUX

I- ETUDES PRELIMINAIRES

I-1 Frittage de la zircone

I-1-1 Préparation des poudres

I-1-2 Mise en forme des échantillons

I-1-3 Frittage

I-2 Mesure de la conductivité électrique

I-3 Réalisation et étude qualitative d'une jonction

I-3-1 Jonction

I-3-2 Sondes de courte longueur

- I-4 Etude expérimentale des sondes de courte longueur
 - I-4-1 Dispositif de mesure
 - I-4-2 Résultats
- I-5 Etude du temps de réponse des sondes de courte longueur
 - I-5-1 Définition du temps de réponse
 - I-5-2 Méthode expérimentale
 - I-5-3 Résultats
- I-6 Conclusion
- II- FABRICATION DES SONDES DE GRANDE LONGUEUR
 - II-1 Principe de réalisation
 - II-2 Fabrication des perles trifilaires
 - II-3 Etude des conditions de martelage sur machine à rétreindre
 - II-3-1 Préparation des ébauches
 - II-3-2 Dimensions des éléments constitutants de l'ébauche
 - II-3-3 Conditions de travail
 - II-3-4 Essais - Conclusion
 - II-4 Etude morphologique
- III- ETUDE DES PROPRIETES ELECTRIQUES DES SONDES DE GRANDE LONGUEUR
 - III-1 Détermination des températures : étude de la réponse thermoélectrique
 - III-1-1 Dispositif expérimental
 - III-1-2 Réponse thermoélectrique de sondes de courte longueur
 - III-1-3 Influence de la position du point chaud
 - III-1-4 Influence du gradient thermique
 - III-2 Détermination de la position du point chaud
 - III-2-1 Mesure de la résistance entre fils à partir d'une seule extrémité de l'élément
 - III-2-2 Méthode de localisation par accès aux deux extrémités de l'élément
 - III-3 Accord entre les résultats expérimentaux et la théorie
 - III-4 Conclusion

Troisième Partie : REALISATION ET ETUDES DE PROTOTYPES INDUSTRIELS

- I- FABRICATION DE PROTOTYPES
 - I-1 Réalisation des perles
 - I-2 Martelage
- II- ETUDE EXPERIMENTALE
 - II-1 Repérage de la température
 - II-1-1 Réponse thermoélectrique et influence du gradient thermique
 - II-1-2 Influence d'un deuxième point chaud

II-2 Localisation d'un point chaud

II-2-1 Etalonnage

II-2-2 Influence de plusieurs points chauds

II-3 Conclusion

CONCLUSION GENERALE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

INTRODUCTION

Les effets thermoélectriques sont exploités depuis longtemps pour la détermination des températures. Ils ont conduit à la mise au point et au développement industriel de différents types de thermocouples adaptés à des problèmes très variés : domaine de température, environnement, miniaturisation...

Cependant ces mesures restent toujours ponctuelles et d'une façon générale, pour détecter l'apparition de points chauds sur une structure quelconque, on est amené à y répartir judicieusement un grand nombre de thermocouples.

Ces considérations nous ont amenés à envisager la mise au point d'éléments thermoélectriques linéaires, susceptibles de remplacer plusieurs capteurs, en permettant simultanément le repérage de la température et de la position d'un échauffement local.

Dans ce mémoire, nous nous proposons de décrire les expérimentations qui ont abouti à la réalisation de tels éléments.

Une première partie précise le principe du dispositif et la recherche bibliographique qui nous a permis de choisir les matériaux constitutifs afin d'assurer un fonctionnement dans le domaine de température 500-1100°C. Nous y proposons aussi un modèle théorique.

Dans la deuxième partie nous présentons les techniques de fabrication ainsi que les méthodes de mesure employées. Nous mettons en évidence les performances d'un tel système de mesure en fonction de différents paramètres :

- température,
- gradient thermique,
- abscisse des points chauds sur l'élément.

La troisième partie concerne les résultats obtenus avec des prototypes industriels et donne les étalonnages en température et localisation.

Une analyse globale des résultats est ensuite entreprise en gardant présent à l'esprit que ce travail est une étude pratique servant de support à un développement ultérieur, en particulier dans le domaine de l'industrie nucléaire.

INTRODUCTION

Les effets thermoélectriques sont exploités depuis longtemps pour la détermination des températures. Ils ont conduit à la mise au point et au développement industriel de différents types de thermocouples adaptés à des problèmes très variés : domaine de température, environnement, miniaturisation...

Cependant ces mesures restent toujours ponctuelles et d'une façon générale, pour détecter l'apparition de points chauds sur une structure quelconque, on est amené à y répartir judicieusement un grand nombre de thermocouples.

Ces considérations nous ont amenés à envisager la mise au point d'éléments thermoélectriques linéaires, susceptibles de remplacer plusieurs capteurs, en permettant simultanément le repérage de la température et de la position d'un échauffement local.

Dans ce mémoire, nous nous proposons de décrire les expérimentations qui ont abouti à la réalisation de tels éléments.

Une première partie précise le principe du dispositif et la recherche bibliographique qui nous a permis de choisir les matériaux constitutifs afin d'assurer un fonctionnement dans le domaine de température 500-1100°C. Nous y proposons aussi un modèle théorique.

Dans la deuxième partie nous présentons les techniques de fabrication ainsi que les méthodes de mesure employées. Nous mettons en évidence les performances d'un tel système de mesure en fonction de différents paramètres :

- température,
- gradient thermique,
- abscisse des points chauds sur l'élément.

La troisième partie concerne les résultats obtenus avec des prototypes industriels et donne les étalonnages en température et localisation.

Une analyse globale des résultats est ensuite entreprise en gardant présent à l'esprit que ce travail est une étude pratique servant de support à un développement ultérieur, en particulier dans le domaine de l'industrie nucléaire.

Première Partie

PRINCIPE DU DISPOSITIF DE MESURE
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET THEORIQUE

I- PRINCIPE DU DISPOSITIF PROPOSE

Le dispositif de mesure (figure 1) est constitué de trois fils gainés sous tube métallique, isolés l'un de l'autre par un matériau pulvérulent fritté dont la résistivité décroît lorsque la température augmente.

Deux des fils A et B sont thermoélectriques, le troisième fil C est un fil résistant.

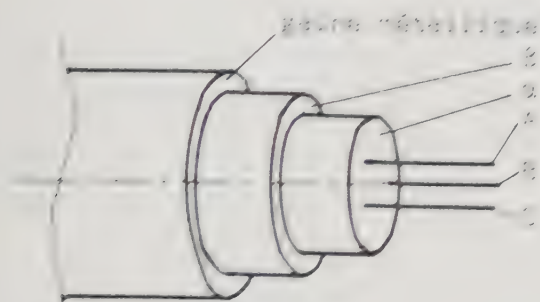


Figure 1

La substance α est un matériau, céramique réfractaire, conducteur de l'électricité. Elle doit présenter une grande stabilité chimique à l'égard des métaux et réfractaires à son contact. Sa conductivité électrique est telle qu'un court-circuit apparaît entre fils lorsque la température augmente localement.

Une substance réfractaire β peut éventuellement être utilisée pour isoler l'ensemble de la gaine. Le rôle de cette dernière est d'assurer à la fois le maintien de l'élément et le blindage électromagnétique.

I-1 Mesure de température

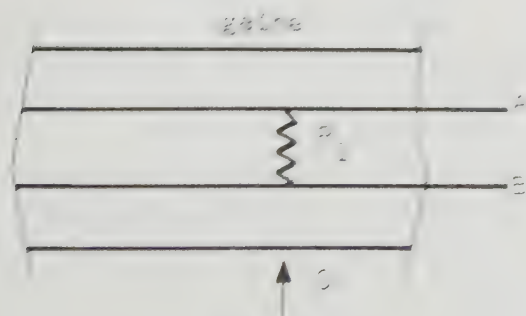


Figure 2

Si un point chaud se manifeste sur la sonde, le dispositif permettra d'en repérer la température Θ . En effet la diminution de résistivité de la substance α crée une jonction thermoélectrique entre les fils A et B : on mesure alors une différence de potentiel fonction de Θ .

I-2 Localisation du point chaud

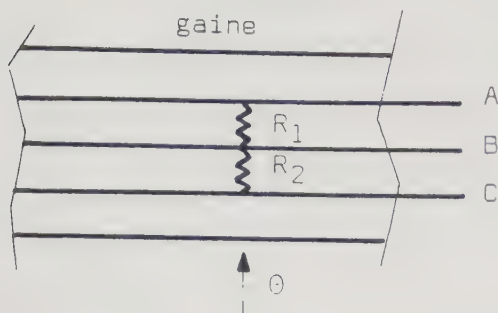


Figure 3

La détermination de la position du point chaud le long de l'élément peut être effectuée par une mesure de résistance électrique R_2 entre l'un des fils thermoélectriques et le fil résistif (figure 3). Nous verrons ultérieurement qu'il est possible d'améliorer les performances en accédant aux deux extrémités de l'élément.

II- CHOIX DES MATERIAUX

Compte-tenu du principe de fonctionnement souhaité, la sélection des matériaux est particulièrement importante.

Nous nous sommes fixés, au cours d'une première étape, de repérer des températures inférieures à 1100°C . Dans ce domaine il est facile d'employer des matériaux courants en ce qui concerne la gaine et les fils métalliques. Par contre, le choix d'une substance intermédiaire ayant les propriétés requises repose sur une étude bibliographique assez détaillée.

Le problème de la détection de points chauds compris entre 1000°C et 2000°C sera examiné ultérieurement.

II-1 Choix des fils métalliques

Dans la gamme de températures ($0-1100^{\circ}\text{C}$) le couple thermoélectrique le plus souvent utilisé est le chromel-alumel. Il délivre une force électromotrice élevée et sensiblement linéaire.

Quant au fil résistif, notre choix s'est porté sur l'alliage nickel-chrome (80 % Ni - 20 % Cr) dont la résistivité est particulièrement constante : la variation relative n'excède jamais 4 % entre 0 et 1000°C .

Le tableau I précise quelques grandeurs physiques intéressantes de ces trois alliages.

Propriétés	Chromel	Alumel	Nickel-Chrome
Point de fusion °C	1430	1400	1380
Résistivité électrique à 20°C μΩ.cm	70,63	29,42	108
Coefficient de résistance de 20 à 100°C Ω/Ω/°C	3,2.10 ⁻⁴	18,8.10 ⁻⁴	0,8.10 ⁻⁴
Pouvoir thermoélectrique de 0 à 1000°C μV/°C	41		
f.e.m. à 800°C mV	33,30		

TABLEAU I

II-2 Choix de la substance intermédiaireII-2-1 Sélection du matériau

Trois critères principaux ont guidé notre démarche :

- le point de fusion de la substance α doit être supérieur à 1100°C (éventuellement 2000°C),
- le matériau doit présenter une forte augmentation de conductivité quand la température croît,
- la stabilité chimique et physique doit être assurée afin d'éviter les phénomènes d'interaction ou de "vieillissement".

Une étude bibliographique nous a permis de comparer les substances semi-conductrices du type thermistances et les oxydes réfractaires purs ou dopés. Les conditions d'utilisation éliminent très rapidement les poudres agglomérées.

mérées d'oxydes mixtes de Mn, Ni, Cu, Zn (thermistances). En effet, au-dessus de 350°C, un processus de "vieillissement" intervient, accompagné d'une évolution des caractéristiques électriques (1) (2).

Par contre, l'examen approfondi des oxydes réfractaires montre qu'il est possible d'obtenir des propriétés électriques intéressantes en utilisant un mélange de zircone et d'oxyde d'yttrium.

Nous avons établi le tableau II comparatif suivant à partir des données du Metals Handbook ainsi que des publications (3) (4) (5) (6) (7) et (8).

Oxydes réfractaires	MgO	BeO	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	ZrO ₂ 10% Y ₂ O ₃
Point de fusion °C	2800	2565	2040	2680	2750
Résistivité électrique Ω cm : à 100°C à 1200°C	$>1.10^{16}$ 8.10^{11}	8.10^{13} 3.10^{12}	1.10^{15} 2.10^5	$>1.10^{12}$ 1.10^4	10^{10} 10
Coefficient de dilata- tion entre 0 et 700°C 10 ⁻⁶ /°C	12,9	8,1	7,1 à 8	Mono- clinique 8 quadra- tique 10,6	~ 10
Résistance aux chocs thermiques	faible	excel- lente	bonne	faible	bonne

TABLEAU II

Par rapport aux autres oxydes réfractaires purs la zircone présente à 1200°C la résistivité électrique de loin la plus faible. Par contre sa résistance aux chocs thermiques est médiocre. Ceci provient du fait qu'une transformation cristallographique se produit lors du refroidissement aux environs de 1100°C (11). Cet inconvénient disparaît avec un apport d'oxydes de métaux bivalents, ou trivalents, qui rend possible la trempe aux basses températures d'une phase cubique. La zircone est alors dite stabilisée.

La figure 4 représente les variations, en fonction de la température, de la conductivité électrique σ de différentes solutions solides réfractaires.

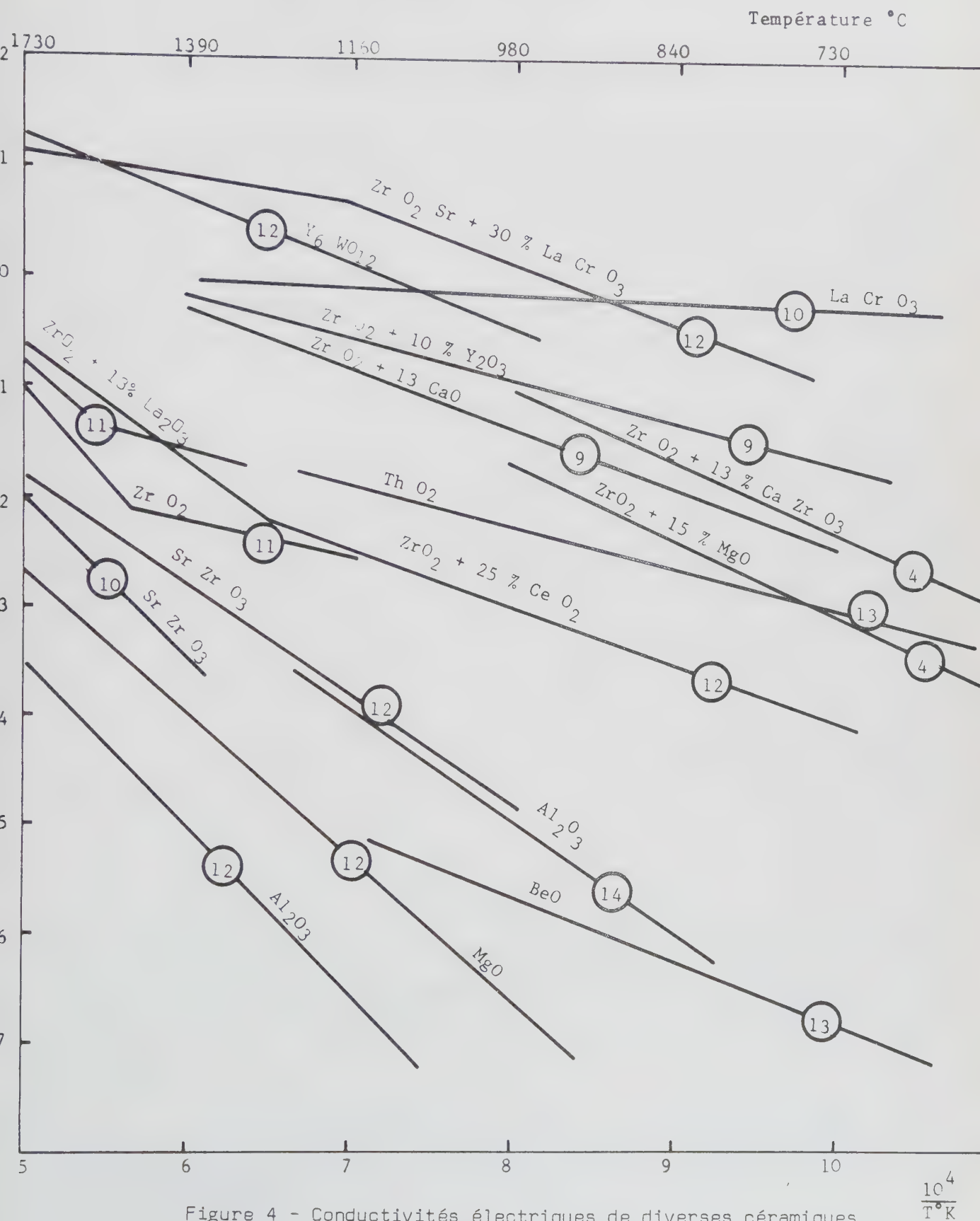


Figure 4 - Conductivités électriques de diverses céramiques
La référence bibliographique est indiquée sur chaque courbe

La comparaison de ces courbes justifie le choix des zircons dopés; parmi celles-ci la zircon stabilisée à l'oxyde d'yttrium est la plus intéressante du point de vue électrique. Son prix de revient est néanmoins bien supérieur à celui du mélange $\text{ZrO}_2 - \text{CaO}$ par exemple.

II-2-2 Etude de la zircon stabilisée

Depuis quelques années les zircons stabilisés sont très étudiés pour leur bonne conductivité électrique et leur caractère réfractaire, surtout en vue de la fabrication des électrodes M.H.D. (12) (15). Par ailleurs BRATTON (16) propose l'utilisation de la solution solide $\text{ZrO}_2 - 15\% \text{Y}_2\text{O}_3$ pour réaliser des thermistances haute-température. Nous nous bornerons à présenter, dans ce paragraphe, les résultats qui nous ont semblé les plus caractéristiques en nous limitant à ceux qui ont un rapport avec notre travail.

II-2-2-1 Structure de la zircon

Plusieurs auteurs (5) (17) (18) (19) ont montré que la zircon pure possède deux variétés allotropiques connues avec certitude. La forme monoclinique, stable de la température ambiante à 1100°C environ, a une structure du type fluorine fortement déformée et possède les paramètres cristallographiques suivants (4) :

$$\begin{array}{ll} a = 5,174 \overset{\circ}{\text{\AA}} & c = 5,314 \overset{\circ}{\text{\AA}} \\ b = 5,210 \overset{\circ}{\text{\AA}} & \beta = 80^\circ 48' \end{array}$$

La seconde forme, quadratique, est stable au-dessus de 1100°C ; ses paramètres sont :

$$\begin{array}{ll} a = b = 5,085 \overset{\circ}{\text{\AA}} & c = 5,166 \overset{\circ}{\text{\AA}} \end{array}$$

Elle ne peut être conservée à basse température par un processus de trempe. Au cours du refroidissement elle se transforme toujours en la forme monoclinique. Cette transformation est accompagnée dans tous les cas d'une dilatation volumique, de 7 à 9 % à 1100°C , qui provoque la fissuration d'échantillons polycristallins (11).

Il faut enfin, signaler qu'on admet actuellement l'existence d'une variété cubique de la zircon, possédant la structure du type fluorine, au-dessus de 2200°C (4).

II-2-2-2 Stabilisation de la zircon

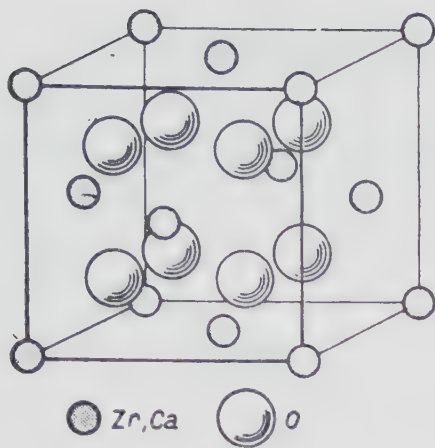
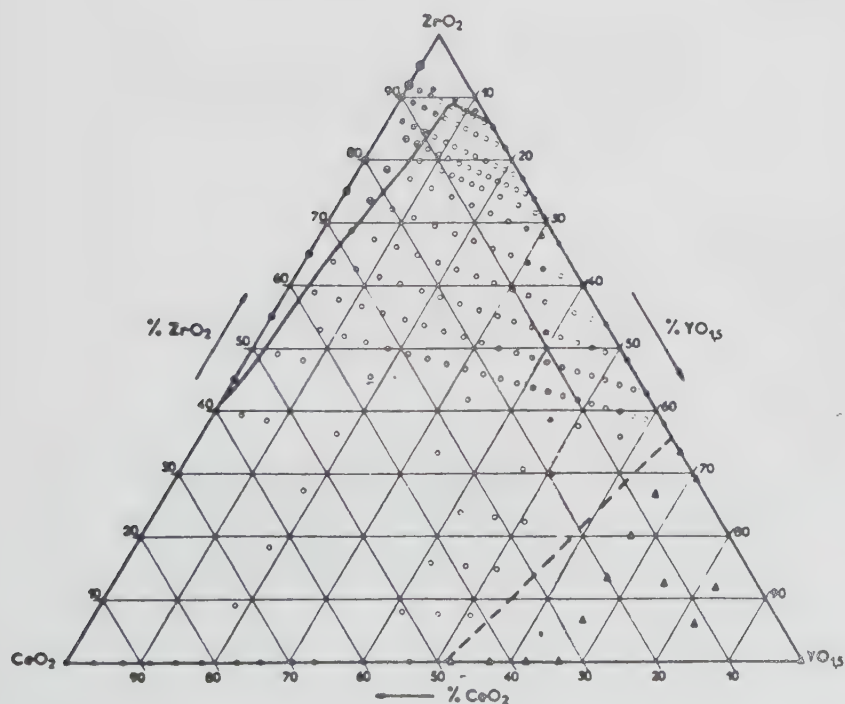


Figure 5 - Structure type fluorine d'après PAIDASSI (4)

Dans les solutions solides obtenues, les cations Ca^{+2} ou Y^{+3} occupent les sites du zirconium. Il existe alors des lacunes d'oxygène (4). Plusieurs mélanges ont été étudiés, nous rappellerons simplement les résultats concernant le système $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$. Les différents auteurs sont quelquefois en désaccord sur le pourcentage minimum d'oxyde d'yttrium nécessaire pour atteindre la stabilisation (20).

Une phase de structure cubique du type fluorine (figure 5) stable à haute température, et qu'il est aisé de tremper aux basses températures, peut être obtenue par la mise en solution dans la zircon de quantités suffisantes d'oxydes de métaux bivalents (Ca, Mg) ou trivalents (Sc, Yb, Y, Sm).

La présence de tels oxydes évite la transformation polymorphique entre les formes monoclinique et quadratique: On dit que la zircon est *stabilisée*.



La plupart des travaux précisent cependant que cette limite se situe entre 5 et 10 % en moles. L'étude du système ternaire $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3 - \text{CeO}_2$ a permis à FORESTIER et Coll. (18) d'extrapoler la limite de phase, pour le système binaire $\text{ZrO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ à 7 % en moles de Y_2O_3 (figure 6).

- cubique type fluorite
- cubique + monoclinique
- ◐ monoclinique + quadratique
- ◑ cubique + quadratique
- △ cubique centré
- ▲ cubique centré + cubique fluorite
- ⊙ monoclinique

Figure 6 - Diagramme ternaire $\text{ZrO}_2 - \text{CeO}_2 - \text{Y}_2\text{O}_3$ d'après FORESTIER (18)

II-2-2-3 Etude des propriétés électriques des céramiques à base de zircon

a. Conductivité électrique

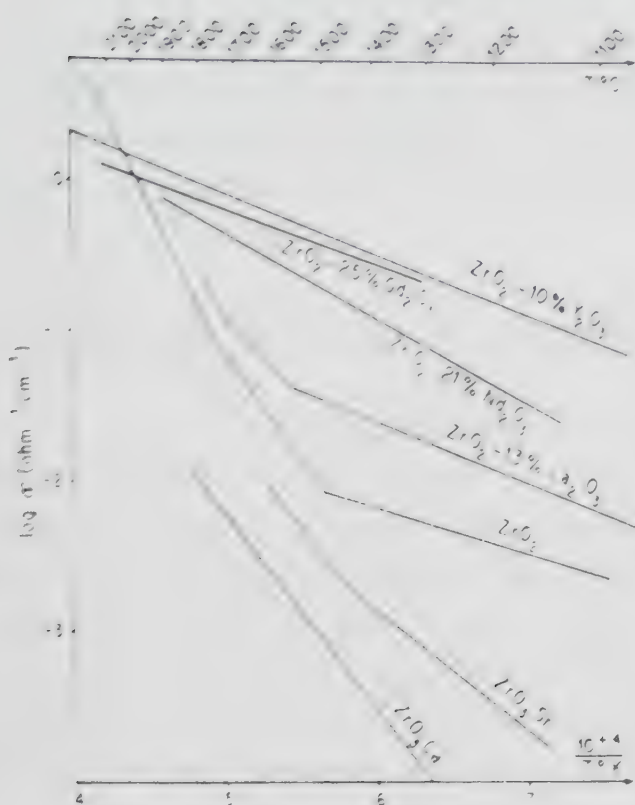
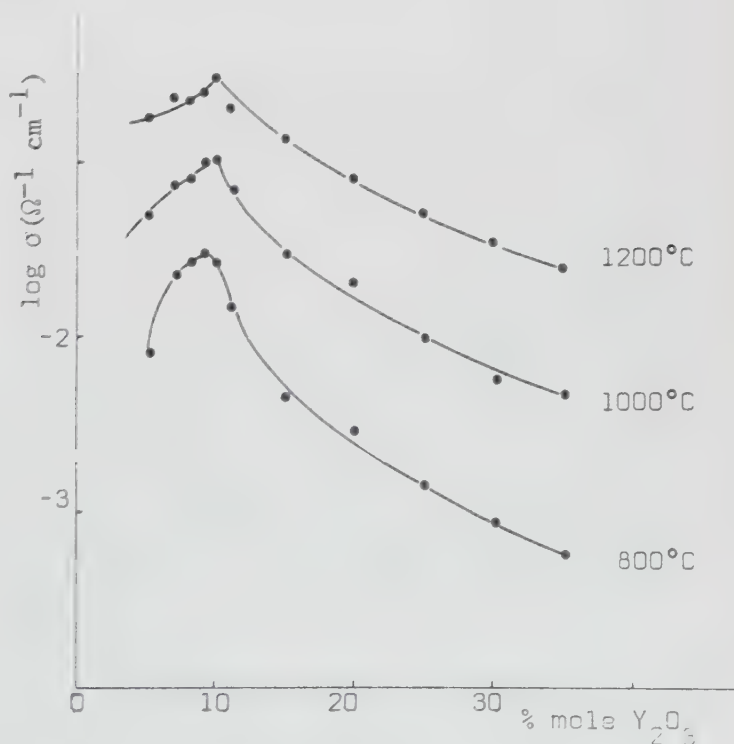


Figure 7 - d'après A.M. ANTHONY (11) conductivité électrique de diverses céramiques à base de zircon

A.M. ANTHONY a fait le point sur ce sujet en 1966 (11) puis en 1970 (12). Dans le cas de la zircon pure, il existe plusieurs mécanismes de conduction au-dessus de 1100°C . La comparaison des différents composés $\text{ZrO}_2\text{-M}_2\text{O}_3$ ou $\text{ZrO}_2\text{-MO}$ (figure 7) confirme bien que, parmi les stabilisants possibles, l'oxyde d'yttrium apporte la plus grande conductivité. D'après STRICKLER et CARLSON (9) le maximum est atteint pour une teneur de 10 % en moles comme le montre les isothermes conductivité-composition de la figure 8. Les études de A.M. ANTHONY sont en accord avec ces résultats (11) (15) (20).

Figure 8 - Isothermes conductivité-composition dans le système $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, d'après STRICKLER (9)



b) Mécanismes de conduction (7, 9, 12, 15, 20, 21, 22, 23)

Sans entrer dans le détail des mécanismes de la conduction, il faut signaler que les oxydes réfractaires, en général bons isolants à basse température, deviennent conducteurs électriques quand la température augmente (voir figure 4). La conductivité totale peut être d'origine ionique, électronique ou une combinaison des deux types de transports.

Dans la zircone pure on pense que la conductivité est essentiellement électronique alors que pour la zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium la conductivité serait purement ionique.

III- ETABLISSEMENT D'UN MODELE THEORIQUE

Les phénomènes thermoélectriques sont connus depuis les travaux de SEEBECK, PELLETIER et de THOMSON, et leur théorie est approfondie depuis longtemps. Il convient cependant d'en rappeler les lois essentielles. C'est ce que nous ferons dans la première partie de ce chapitre. Nous examinerons ensuite les travaux effectués sur les erreurs introduites lors de la constitution pratique d'un thermocouple. Puis nous proposerons, en utilisant un raisonnement analogue, un schéma électrique équivalent au système formé par deux fils thermoélectriques séparés par une substance réfractaire à coefficient de température négatif.

III-1 Rappels sur la thermoélectricité

III-1-1 L'effet SEEBECK

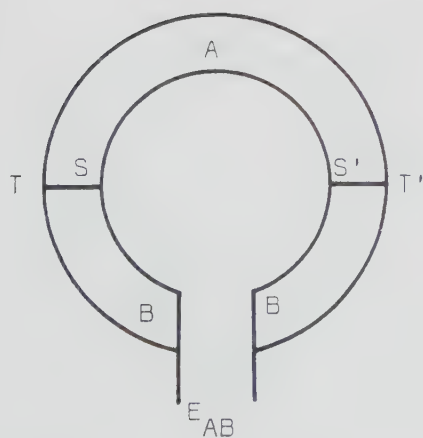


Figure 9

Considérons un circuit formé de deux conducteurs homogènes A et B ayant deux surfaces de contact S et S' respectivement aux températures T et T'.

En circuit ouvert on constate l'apparition d'une force électromotrice E_{AB} qui dépend de la nature des deux conducteurs et des températures T et T'.

Si on intervertit T et T' la f.e.m. change de signe. $\frac{dE_{AB}}{dT}$ est appelé pouvoir thermoélectrique du couple formé par les deux métaux.

III-1-2 L'effet PELTIER

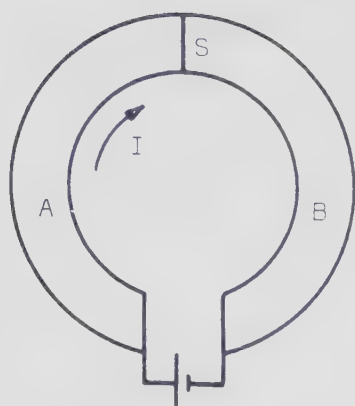


Figure 10

Deux conducteurs A et B sont en contact suivant une surface S. L'ensemble est maintenu à la température T. Si on fait circuler un courant continu d'intensité I dans ce dispositif, on constate à la surface S, un dégagement ou une absorption de chaleur proportionnelle à la quantité d'électricité qui traverse la section. On a donc algébriquement :

$$\frac{dQ}{dt} = P_{AB(T)} I$$

P_{AB} est appelé coefficient de Peltier. (homogène à une tension, on l'exprime aussi en Joule/Coulomb).

III-1-3 L'effet THOMSON

Un métal homogène A, soumis à une répartition de température et parcouru par un courant continu I, est le siège d'un dégagement ou d'une absorption de chaleur. Dans une région où la température passe de T à T + ΔT, la quantité de chaleur mise en jeu est proportionnelle à ΔT et à la quantité d'électricité qui traverse cette région.

Ceci s'exprime par la relation :

$$\frac{dQ}{dt} = \sigma_A \cdot I \cdot \Delta T$$

σ_A caractérise le métal A à la température T. Pour le conducteur entier on a :

$$\frac{dQ}{dt} = I \cdot \int_{T_0}^{T_1} \sigma_A \cdot dT$$

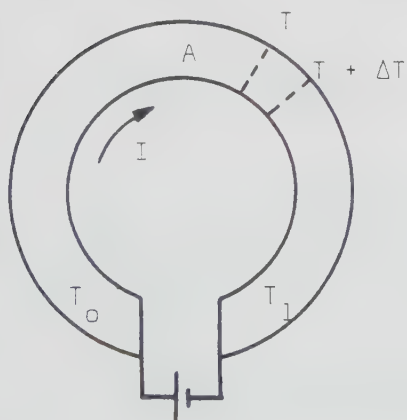


Figure 11

$\int_{T_0}^{T_1} \sigma_A \cdot dT$ est appelé "tension de Thomson".

III-1-4 Effet Seebeck dans les alliages métalliques

Dans un circuit thermoelectrique representant un couple thermoelectrique (figure 3), on montre que la force thermoelectrique du couple peut s'exprimer par :

$$\frac{e_k \Delta T}{T} = \int_{T_0}^{T_1} \frac{\sigma_k}{T} dT - \int_{T_0}^{T_2} \frac{\sigma_k}{T} dT$$

On appelle $\int_{T_0}^{T_1} \frac{\sigma_k}{T} dT$ le pouvoir thermoelectrique d'un corps. Cette relation montre que la f.e.m. d'un couple ne varie pas linéairement en fonction de la température. On la représente généralement sous la forme :

$$E_{k2}(T, T') = a(T-T') + b(T^2-T'^2) + c(T^3-T'^3) + \dots$$

k est le métal dont le pouvoir thermoelectrique est le plus élevé ; avec $T > T'$.

III-1-5 Les effets thermoelectriques

a) Loi des circuits ohmiques

La somme des effets Peltier pour une chaîne métallique à température uniforme est nulle.

Cette loi se traduit pour l'effet Seebeck par :

$$E_{k2}(T, T) = E_{k1}(T, T) + E_{k3}(T, T)$$

Si l'on connaît la valeur de l'effet Seebeck de 2 métaux par rapport à un même troisième, on peut en déduire la valeur de la f.e.m. délivrée par le couple formé de ces 2 métaux.

b) Loi des températures intermédiaires

La long d'un même métal, les tensions de Thomson sont additives :

$$\int_{T_0}^{T_2} \sigma_k dT = \int_{T_0}^{T_1} \sigma_k dT + \int_{T_1}^{T_2} \sigma_k dT + \dots + \int_{T_n}^{T_2} \sigma_k dT$$

Ceci se traduit aussi pour l'effet Seebeck par l'addition algébrique des tensions :

$$E_{AB}(T, T_0) = E_{AB}(T, T') + E_{AB}(T', T_0)$$

$$E_{AB}(T, T_0) = E_{AB}(T, T') - E_{AB}(T_0, T')$$

III-1-6 Utilisation des thermocouples

a) Dispositif

L'application pratique de l'effet Seebeck, dont le schéma de principe est donné figure 9, est réalisée par le dispositif de la figure 12. La jonction, ou soudure S, se trouve à la température T que l'on veut repérer. La loi des températures intermédiaires nous autorise à ouvrir le circuit en S' si les deux extrémités obtenues se trouvent à une même température de référence (exemple 0°C). On peut alors relier les 2 extrémités à l'appareil de mesure par 2 fils identiques en vertu de la loi des chaînes métalliques, à condition que les connexions et l'appareil soient à une température uniforme.

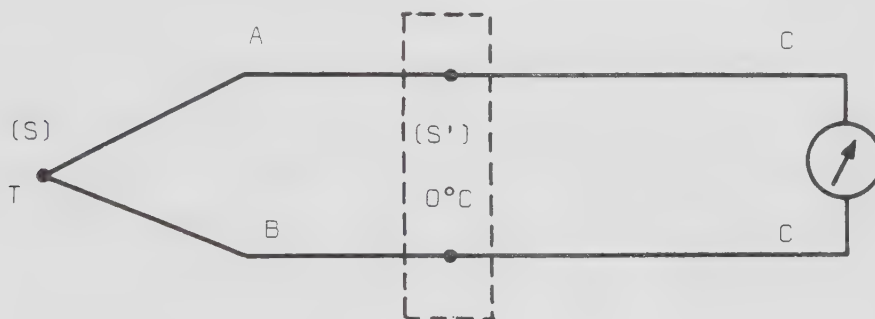


Figure 12

Après étalonnage, il est possible de mesurer avec précision une température comprise dans le domaine autorisé par la nature même des fils thermoélectriques.

b) Correction de soudure froide

Si la soudure froide est à une température T_1 , différente de la

température T_0 qui a servi à l'étalonnage, on mesure :

$$E_{AB}(T, T_1) = E_{AB}(T, T_0) - E_{AB}(T_1, T_0)$$

Il suffit alors d'ajouter à la mesure $E_{AB}(T, T_1)$ la quantité $E_{AB}(T_1, T_0)$, si l'on peut mesurer par ailleurs T_1 , pour utiliser l'étalonnage et en déduire T .

III-1-7 Caractérisation d'un thermocouple

Afin d'avoir un repérage précis et relativement aisé des températures, les alliages métalliques utilisés dans la fabrication des thermocouples doivent répondre à quelques conditions essentielles :

- utilisation sur une gamme étendue de températures où la f.e.m. doit être aussi élevée et sa variation aussi linéaire que possible,
- faible résistivité électrique et bonne conductivité thermique,
- caractéristiques mécaniques permettant une miniaturisation,
- une élaboration facile pour que la reproductibilité des lots de fabrication soit possible.

Il faut bien voir aussi que le milieu dans lequel est utilisé un thermocouple peut influencer fortement sa durée de vie et sa fidélité (en particulier par réaction chimique). De même, les cycles thermiques, entraînant des transformations métallurgiques, modifient les propriétés électriques des matériaux et de ce fait la réponse du thermocouple. On caractérise donc les thermocouples essentiellement par leurs limites d'emploi.

Le tableau III, page 16, donne un aperçu de l'utilisation de différents thermocouples (24).

III-2 Modèle théorique proposé pour les sondes thermiques

III-2-1 Introduction

Pour être précis, dans le repérage d'une température, un circuit thermoélectrique ne doit mettre en évidence que la f.e.m. de Seebeck. Le couple ne doit donc pas débiter lors de la mesure. En général, à haute température,

Nature des couples	Composition	Pouvoir thermo-électrique		Domaine maximum d'utilisation °C	Limite d'emploi °C	REMARQUES
		M µV/°C	mV à T °C			
Cu-Constantan	54Cu+46Ni	41	33,6 à 600	- 250 + 600	350	Cu s'oxyde à $t > 400^{\circ}\text{C}$.
Fe-Constantan	54Cu+46Ni	56	51,9 à 900	- 250 + 1000	600	
Chromel-Alumel	90Ni+9,8Cr +0,2 Mo 94Ni+2Al+ 1Si+2,5Mn	41	32,4 à 800	0 1250	1100	Dénaturé par atmosphère réductrice et souillure de Ni. Bonne résistance à t.
Pt Rh - Pt	90Pt+10Rh	9,5	15,34 à 1500	800 1600	1500	Utilisé avec gaine de quartz. fidèle. Peu sensible.
W - W Re	74W+26Re	21	34,40 à 2000	2300		Fragilité du tungstène pur. Emploi en atmosphère réductrice ou inerte et sous vide.
W5Re - W26Re	95W+5Re 74W+26Re	18,5	32,76 à 2000	2300		

TABLEAU III

les isolants utilisés ne sont plus parfaits et leur diminution de résistivité entraîne des perturbations électriques. Certains auteurs ont essayé de caractériser les erreurs introduites par les constituants d'un thermocouple et plus particulièrement par l'isolant (25) (26).

Une étude théorique sur la transmission d'un signal par les éléments de mesure gainés que nous étudions est possible en employant un raisonnement analogue à celui mis en oeuvre par FREEMAN (25).

Considérons le système constitué par deux fils thermoélectriques et un isolant réfractaire (figure 13). On soumet l'ensemble à une répartition de température donnée. On considère que, pour un élément de longueur Δl suffisamment faible, la température Θ est constante. Elle sera légèrement différente pour l'élément adjacent. Si la substance réfractaire entourant les fils présente

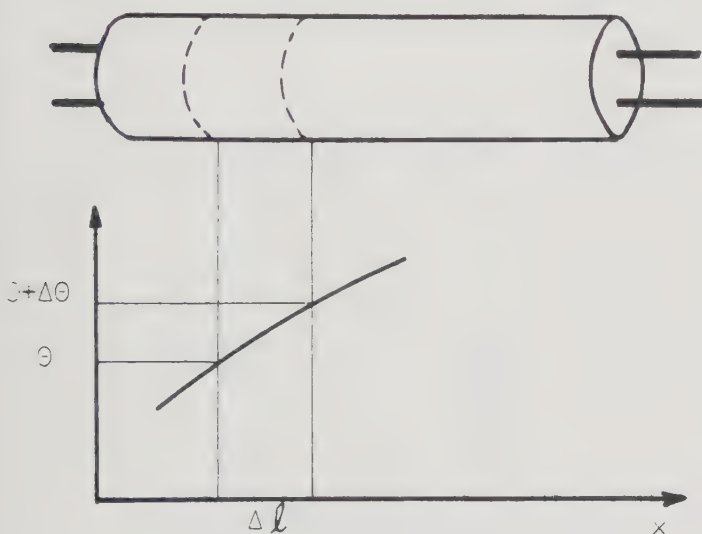


Figure 13

une diminution de résistance quand la température croît, une force électromotrice apparaît entre les deux fils thermoélectriques. Ce phénomène dépend fortement de la substance isolante choisie ainsi que de la température appliquée et donne lieu à un "effet Seebeck réparti".

Dans le domaine de température qui nous intéresse (500°C - 1900°C) on peut représenter la variation de la conductivité des princi-

$$\sigma = A \exp \left(- \frac{B}{T} \right)$$

III-2-2 Schéma électrique équivalent

Le dispositif peut être alors assimilé à une succession continue de jonctions thermoélectriques. Chacune d'elles est à une certaine température T_i . On la considère comme un générateur de tension dont la f.e.m. E_i est celle du thermocouple classique en vertu de la loi des chaînes métalliques. Sa conductance interne G_i correspond à la conductance locale de l'isolant.

On suppose que deux jonctions voisines sont reliées par les résistances métalliques R_i et R'_i , des fils thermoélectriques. La f.e.m. mesurée à l'extrémité des fils correspondra à la somme de tous ces effets locaux. Le schéma équivalent est donné sur la figure 14. Globalement, on traitera le système comme une chaîne transmettant du courant continu, comportant une suite de générateurs parallèles reliés par une suite de résistances parallèles et séries.

III-2-3 Calcul de la f.e.m. fournie par le dispositif

Nous nous fixerons un certain nombre d'hypothèses concernant le gradient de température et les lois mathématiques pour les variations de la f.e.m. du thermocouple et de la conductivité électrique de l'isolant avec la température. Nous négligerons immédiatement les résistances séries des fils métalliques devant les résistances dues à la présence du matériau réfractaire et nous limiterons à 3 le nombre d'éléments adjacents (figure 14).

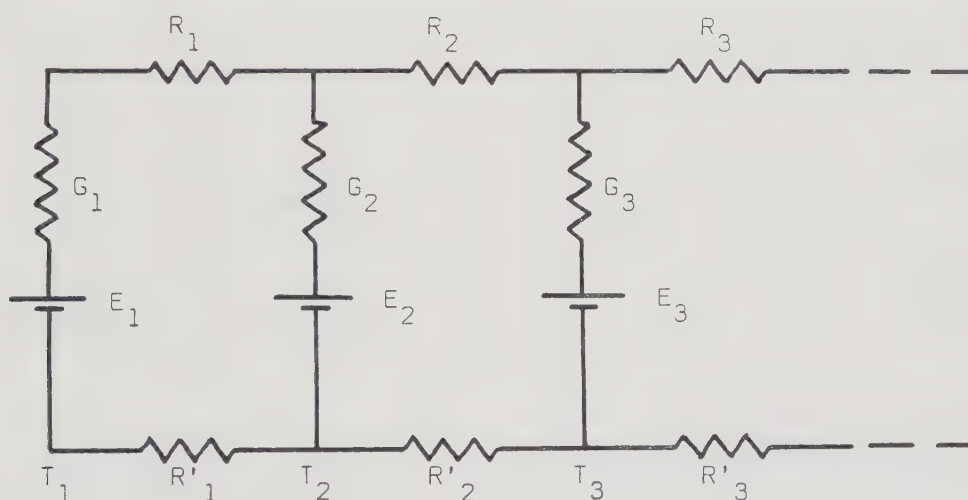


Figure 14

T_1 = Température du point chaud,

T_2, T_3, T_4 = Températures de différents éléments de longueurs successifs,

R_1, R_2, R_3 = Résistances séries sur un fil thermoélectrique,

R'_1, R'_2, R'_3 = Résistances séries sur l'autre fil thermoélectrique,

G_1, G_2, G_3 = Conductances parallèles de l'isolant,

E_1, E_2, E_3 = f.e.m. qui seraient données par le thermocouple, formé des deux fils soudés et placé aux températures T_1, T_2, T_3 .

Le modèle électrique théorique est alors le suivant (figure 15)

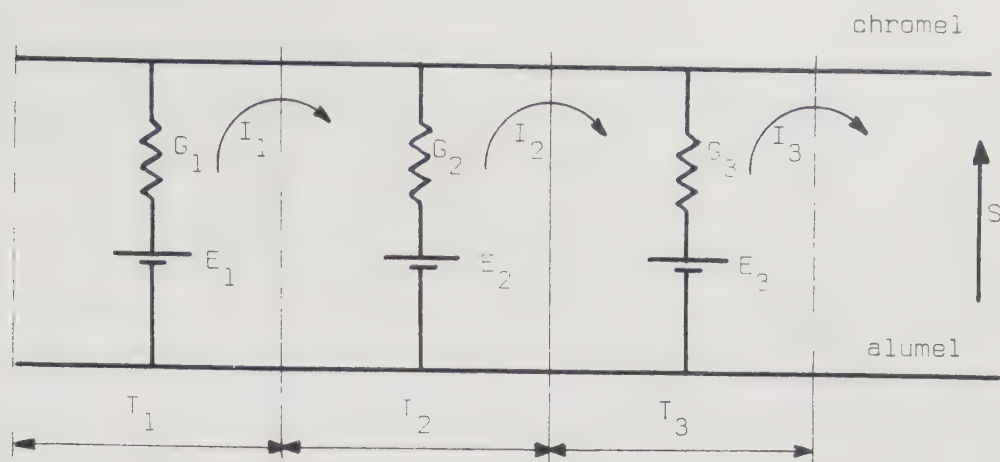


Figure 15

La loi des mailles donne immédiatement les 3 équations suivantes :

$$\frac{I_1}{G_1} + \frac{I_1 - I_2}{G_2} + E_2 - E_1 = 0 \quad (1)$$

$$\frac{I_2 - I_1}{G_2} + \frac{I_2 - I_3}{G_3} + E_3 - E_2 = 0 \quad (2)$$

$$\frac{I_3 - I_2}{G_3} + S - E_3 = 0 \quad (3)$$

Si l'on fait la mesure par méthode potentiométrique $I_3 = 0$, on obtient alors la relation (4) :

$$S = \frac{G_1 E_1 + G_2 E_2 + G_3 E_3}{G_1 + G_2 + G_3} \quad (4)$$

A la limite, pour un petit élément de longueur dx à la température T , la f.e.m. thermoélectrique sera E et la conductance entre les fils sera dG .

La formule (4) s'écrit alors, en intégrant sur la longueur :

$$S = \frac{\int E dG}{\int dG} \quad (5)$$

III-2-4 Application numérique

Pour conduire un calcul numérique afin de nous rendre compte de l'ordre de grandeur des réponses d'un tel système par rapport à celles d'un thermocouple classique, nous précisons les hypothèses adoptées :

a) Pour les fils thermoélectriques

Les deux fils chromel-alumel noyés dans l'isolant actif, sont soumis à une répartition de température déterminée. Dans la section du dispositif où la température est T , la force électromotrice qui apparaît entre les deux fils est celle du thermocouple classique que nous linéarisons :

$$E = A(T - T_0) \quad \text{avec} \quad A = 41 \mu\text{V}/^\circ\text{K} \text{ (de } 0 \text{ à } 1000^\circ\text{C)}$$

b) Pour la zircone dopée à 10 % de Y_2O_3

La loi de variation de la conductivité électrique de la zircone dopée est :

$$\sigma = \sigma_0 \exp \left\{ -B \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right\}$$

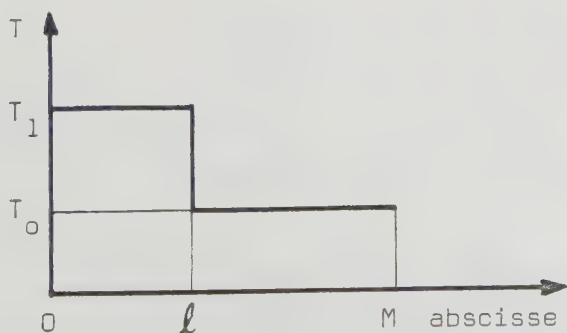
avec : $B = 11,3 \cdot 10^3 \text{ } ^\circ\text{K}$ qui correspond à une énergie d'activation de 0,975 eV
 σ_0 = conductivité à la température T_0 .

La section de l'élément ayant une géométrie constante, la conductance entre fils thermoélectriques d'un élément de longueur dx sera de la forme

$$dG = C \exp \left\{ -B \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right\} \cdot dx$$

Nous ne déterminerons pas la constante C , une simplification dans le calcul la fera disparaître.

c) Pour le gradient de température



L'élément de mesure est soumis à une répartition de température idéale schématisée ci-contre.

l = longueur de la zone chaude
 M = abscisse du point de mesure

Figure 16

III-2-4-1 Elément du calcul

On calcule alors compte tenu des hypothèses a, b et c la réponse thermoélectrique S du dispositif par la relation (5) et on obtient :

$$S = \frac{A \ell (T_1 - T_0) \exp \left\{ -B \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right\}}{M + \ell \left\{ \exp \left[-B \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right] - 1 \right\}}$$

III-2-4-2 Exemples numériques

T_0 en °K	T_1 en °K	ℓ en m	M en m	E f.e.m. Th. linéarisée mV	S mV
300	1300	0,1	1	41,00	41,00
300	800	0,1	1	20,50	20,50
300	340	0,1	1	1,64	1,48
300	1300	0,01	1	41,00	41,00
300	800	0,01	1	20,50	20,50
300	366	0,01	1	2,71	2,44

TABLEAU IV

- la 1ère ligne correspond au calcul de la réponse S si l'on tient compte des données numériques précisées pour T_0 , T_1 , ℓ et x. On voit que si T_1 est important l'affaiblissement par rapport au thermocouple classique linéarisé est quasiment nul,

- les 3ème et 6ème lignes du tableau donnent pour une température $T_0 = 300^\circ\text{K}$, la température T_1 pour laquelle l'affaiblissement par rapport au thermocouple soudé serait de 10 %.

L'affaiblissement est représenté par $1 - \frac{S}{E}$ avec :

$$\frac{S}{E} = \frac{\ell \exp \left\{ -B \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_0} \right) \right\}}{M + \ell \left\{ \exp \left[-B \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_0} \right) \right] - 1 \right\}}$$

Ce modèle théorique montre que l'élément de mesure est d'autant plus sensible que la température est élevée.

L'influence de la largeur de la zone chaude est beaucoup moins importante.

III-2-5 Exploitation systématique du modèle théorique

Pour confirmer l'étude précédente il nous a semblé intéressant de calculer à l'ordinateur les réponses théoriques obtenues pour divers gradients thermiques dont les deux types sont donnés sur les figures 17 a et b.

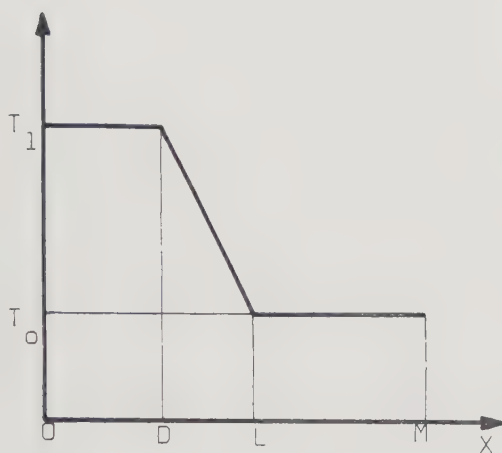


Figure 17a - Gradients trapézoïdaux

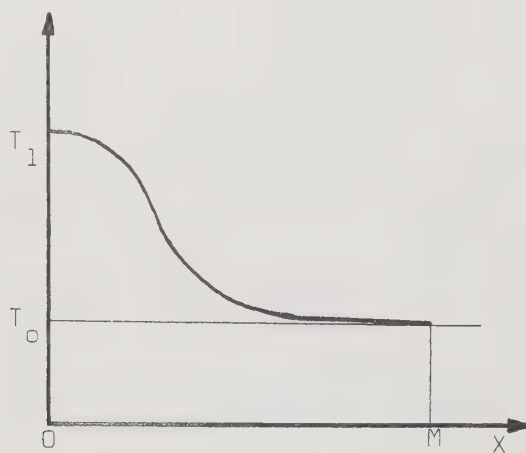


Figure 17b - Gradients gaussiens
 $T = T_0 + (T_1 - T_0) \exp(-KX^2)$

avec : T_1 = Température maximale
 T_0 = Température ambiante
 D = Zone à température maximale
 L = Zone chaude
 M = Point de mesure
 K = Coefficient exponentiel

Nous avons fait varier successivement tous les paramètres. Les résultats obtenus, figures 18 à 23, concernent essentiellement l'influence :

- de la température maximale,
- de la largeur D de la zone à température maximale,
- du gradient pour une température maximale fixe T_1 .

III-2-6 Conclusion de l'étude théorique

III-2-6-1 Gradients trapézoïdaux

a) Influence du gradient thermique

Point chaud T_1 variable - L fixe (figure 18)

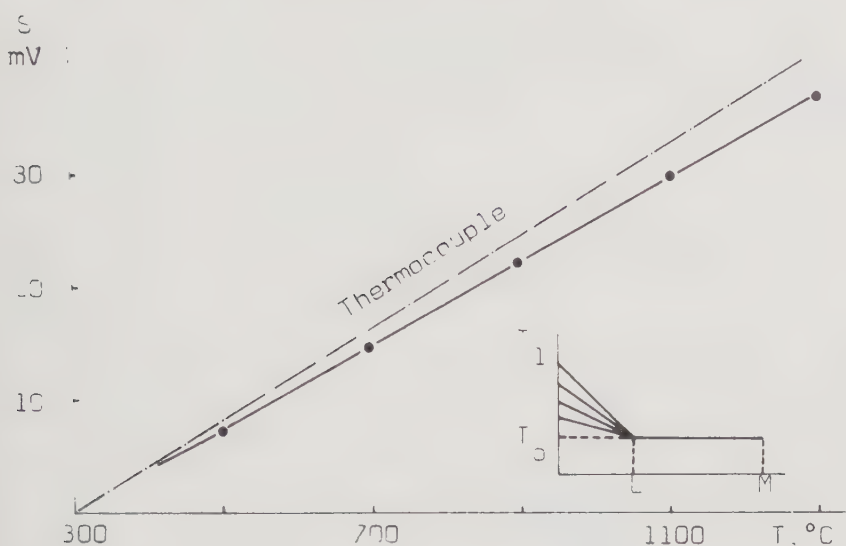


Figure 18 - Influence de la température maximale

$$T_1 \cdot T_0 = 300^\circ\text{K} ; D=0 ; L=0,10\text{m} ; M=1\text{m},$$

On suppose dans ce cas qu'un seul point géométrique est à la température maximale et que la température décroît linéairement en fonction de l'abscisse dans l'intervalle $(0, L)$. Au-delà la température reste constante, $T_0 = 300^\circ\text{K}$. On constate que la f.e.m. théorique donnée par le dispositif est toujours inférieure à celle du thermocouple, l'écart étant d'autant plus grand que la température est plus élevée.

Point chaud T_1 fixe - Distance L variable (figure 19)

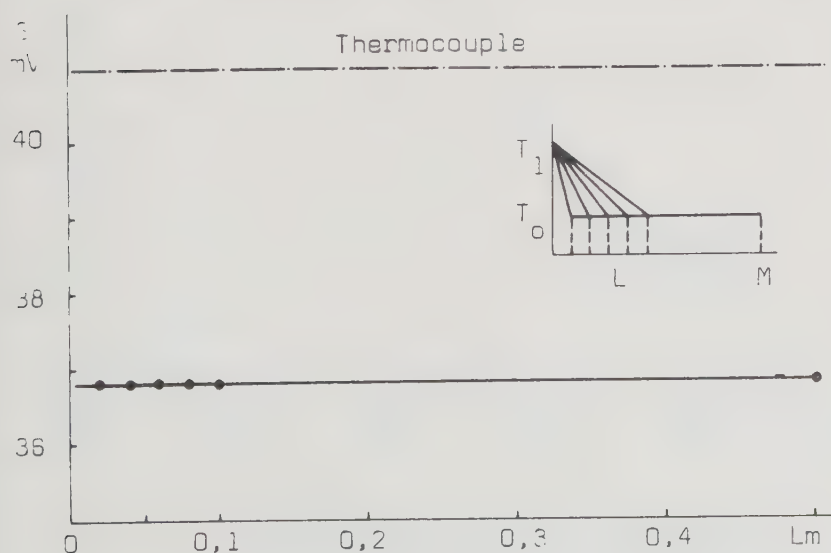


Figure 19 - Influence du gradient thermique

$$T_1 = 1300^\circ\text{K} ; T_0 = 300^\circ\text{K} ; D=0 ; M=1\text{m}$$

La zone à température T_1 est encore réduite à un point. Quelle que soit L , la f.e.m. ne dépend que de la température du point chaud. La largeur de la zone à température intermédiaire entre T_0 et T_1 n'influence pas la réponse thermoélectrique.

b) Influence de la largeur D de la zone à température maximale
(figure 20)

L et M restent constants, seule varie la largeur du palier à température T_1 . Dans ce cas la f.e.m. se rapproche d'autant plus de celle du thermocouple que la zone D à température maximale est grande. Elle la rejoint pour un échelon de température ab .

Ceci est confirmé par la figure 21 : l'élément est soumis à des échelons de température ; la f.e.m. obtenue est pratiquement celle du thermocouple entre 400 et 1300°K.

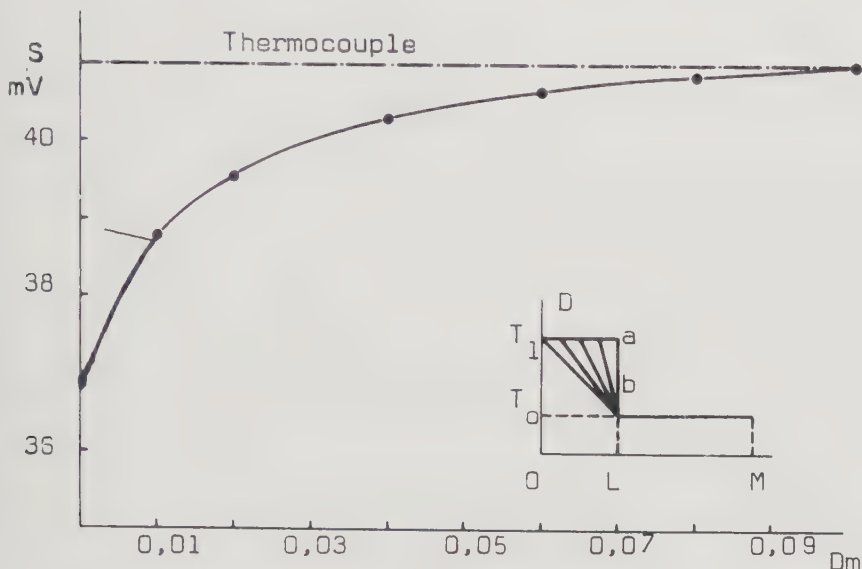


Figure 20 - Influence de la longueur D de la zone à température maximale
 $T_1 = 1300^\circ\text{K}$; $T_0 = 300^\circ\text{K}$;
 $L = 0,10\text{m}$; $M = 1\text{m}$

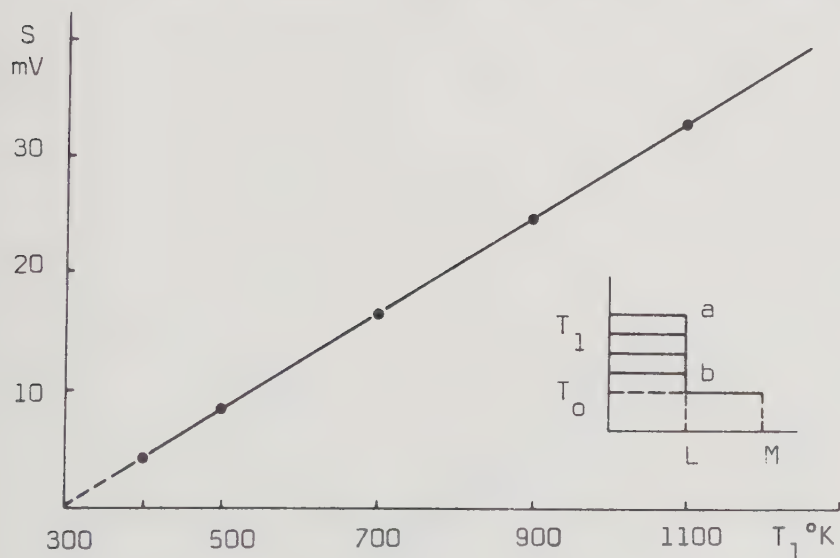


Figure 21 - Influence de la température maximale T_1
 $T_0 = 300^\circ\text{K}$; $D = L = 0,1\text{m}$; $M = 1\text{m}$

c) Influence de la zone froide ($M - L$)

Le calcul montre aussi que pour un gradient donné la réponse de l'élément ne dépend pas de la longueur de la zone froide.

III-2-6-2 Gradients gaussiens

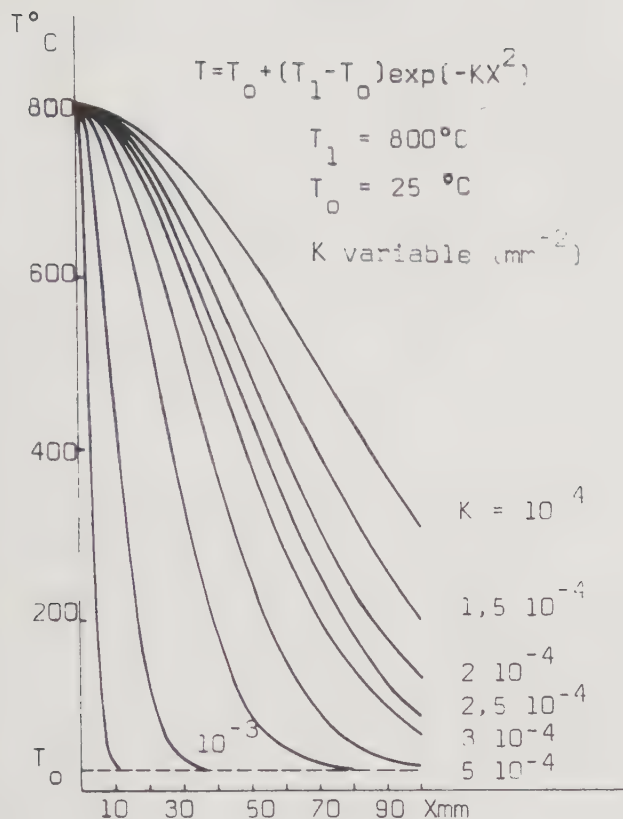


Figure 22a
Gradients thermiques gaussiens

Pour différents gradients gaussiens théoriques, représentés figure 22 a, nous avons calculé la réponse thermoélectrique S du dispositif. Les résultats, figure 22 b, montrent que la f.e.m. ne dépend pas du gradient si le point de mesure est très proche de la température ambiante, quelle que soit son abscisse.

Si on compare les données aux résultats du paragraphe précédent (gradients trapézoïdaux), la réponse due à un gradient gaussien se situe entre celle donnée par un échelon (figure 21) et celle fournie par une zone chaude ponctuelle suivie d'une décroissance linéaire (figure 18).

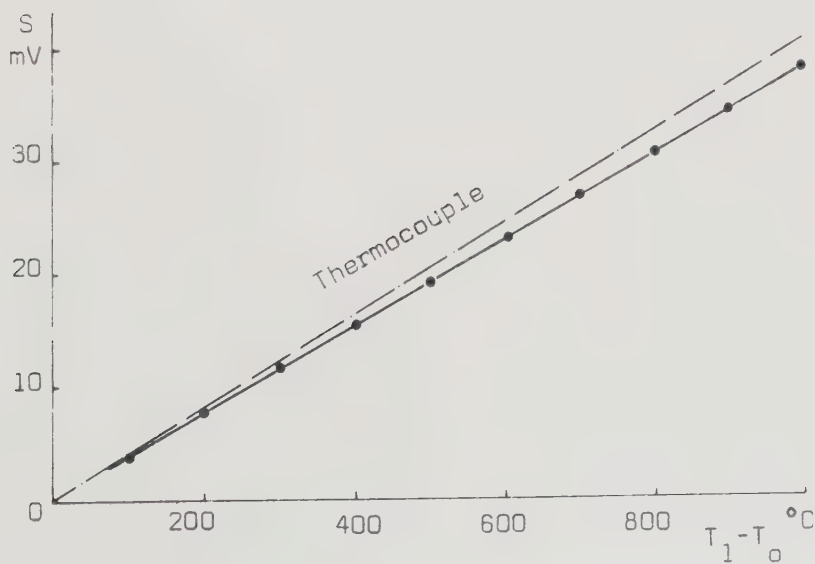


Figure 22 b
Réponse aux gradients gaussiens

Deuxième Partie

RESULTATS EXPERIMENTAUX

I- ETUDES PRELIMINAIRES

I-1 Frittage de la zircone

Les matériaux de base utilisés ont été fournis sous forme de poudre par le C.E.M. La zircone est décafinée ; l'oxyde d'yttrium de pureté 99 % est distribué par la Société TEKNIS.

Le mélange d'oxydes est mis en forme par pressage. Les comprimés ainsi réalisés sont alors frittés. Quelques essais préliminaires nous ont permis de déterminer les meilleures conditions de frittage. Dans la préparation des échantillons, on distinguera 3 étapes :

- préparation des poudres,
- compactage,
- cuisson.

I-1-1 Préparation des poudres

Le mélange des deux oxydes est broyé dans un broyeur à boulets. La granulométrie mesurée est comprise entre 125 μ et 200 μ tant pour ZrO_2 que pour Y_2O_3 .

I-1-2 Mise en forme des échantillons

Le produit obtenu est ensuite comprimé dans des matrices en acier dur, à simple effet, à l'aide d'une presse hydraulique de 12 tonnes. Plusieurs essais ont montré que l'utilisation de liants n'améliorait pas spécialement le compactage ni la manipulation des comprimés ; nous avons donc abandonné cette adjonction. Par ailleurs la pression la plus favorable est de 3 t/cm², elle est maintenue 30 à 60 secondes.

I-1-3 Frittage

Un four à gaz (gaz de ville - air comprimé - oxygène) permet d'effectuer la cuisson à des températures comprises entre 1930°C et 2000°C contrô-

lées à l'aide d'un micropyromètre optique. Les échantillons, placés dans un creuset de zircone, atteignent en 3 heures la température de frittage. Nous avons essayé de maintenir constante la vitesse de montée en température afin de fixer ce paramètre, important puisqu'il influe sur le phénomène (27). Le maintien à température constante dure 6 heures. Le refroidissement se fait dans le four. On observe alors un retrait linéaire de 20 %.

I-2 Mesure de conductivité électrique

On se propose simplement de vérifier que nos produits frittés présentent des propriétés électriques en accord avec les données bibliographiques (7) (9) (20) (28) (29). Les échantillons étudiés se présentent après cuisson sous la forme de pastilles de 8,5 mm de diamètre et d'épaisseurs comprises entre 1,5 et 2 mm. Les deux faces planes sont recouvertes d'une laque à l'argent qui constituera les électrodes.

Le schéma 23, précise le montage. L'échantillon est placé dans un four électrique, il est maintenu à l'aide d'un ressort entre deux tiges métalliques isolées et refroidies. La résistance R est mesurée par un voltohmmètre électronique ayant une gamme de mesure comprise entre 1 ohm et 5.10^9 ohm. La température est relevée au moyen d'un thermocouple chromel-alumel. La résistivité est alors donnée par la relation $\rho = \frac{RS}{e}$ avec e : épaisseur de la pastille, S : surface de chaque électrode.

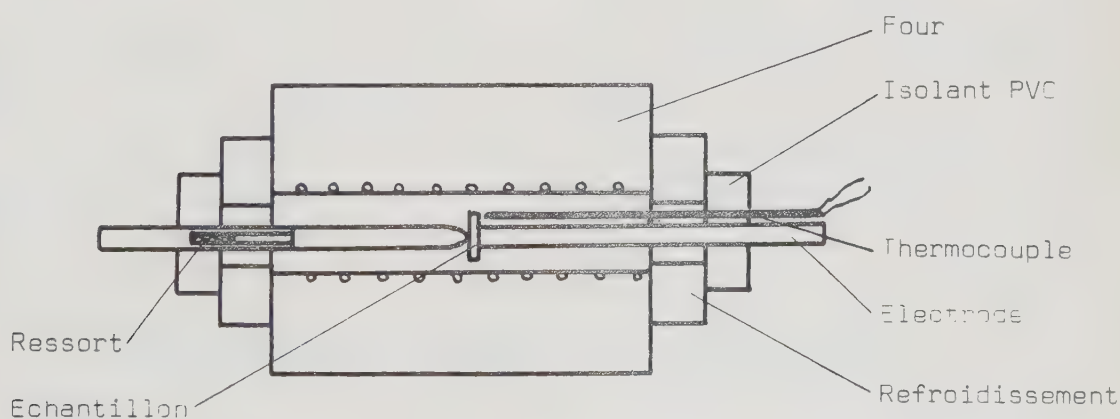


Figure 23 - Dispositif de mesure

Nous avons tracé les courbes de conductivité σ en fonction de l'inverse de la température pour $ZrO_2 - Y_2O_3$ (figures 24 et 25). Les résultats obtenus sont compatibles avec ceux de STRICKLER (9), d'ANTHONY (20) et DIXON (28). Les mesures sont effectuées à basse température, essentiellement dans le domaine 400 - 1000°C.

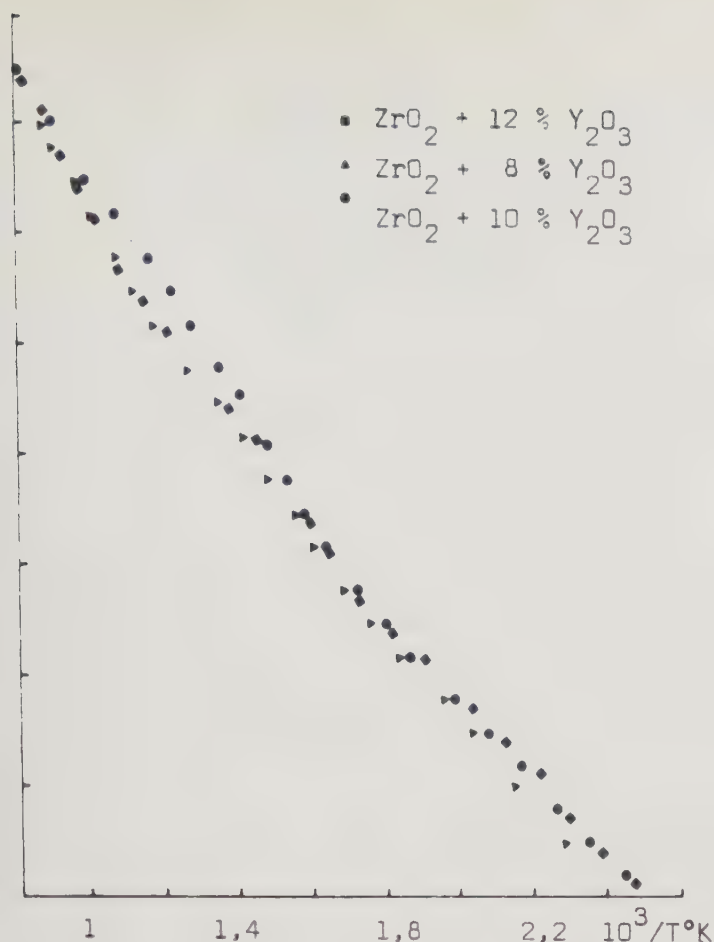


Figure 24 - Conductivité
Résultats expérimentaux

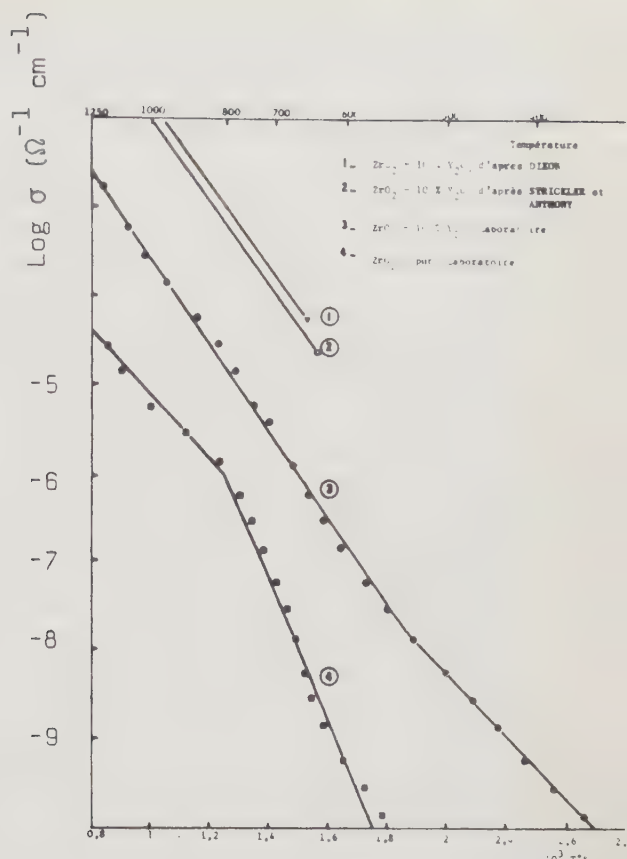


Figure 25 - Comparaison
de nos mesures aux données
bibliographiques

L'apport de 10 % en mole (16,9 % en poids) d'oxyde d'yttrium présente bien l'avantage d'augmenter la conductivité. A haute température les pentes des courbes sont identiques et les écarts sur la valeur nominale de σ proviennent des différences dans la technologie d'élaboration des échantillons (granulométrie, porosité, température de frittage).

On constate de plus par analyse radiocristallographique que la phase cubique de la zircone est bien stabilisée au-dessous de 1100°C et qu'elle est unique.

I-3 Réalisation et étude qualitative d'une jonction

Dans la suite de notre exposé, nous appelons jonction thermoélectrique locale, ou sonde de courte longueur, le dispositif qui réunit deux fils chromel-alumel isolés par la zircone stabilisée; la longueur de cet élément est généralement faible.

I-3-1 Jonction

Des essais préliminaires ont été effectués avec des pastilles tra-

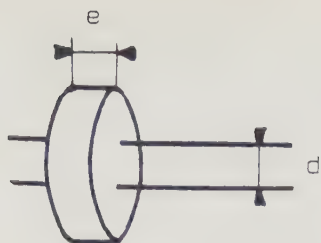


Figure 26

versées par deux fils (figure 26). La poudre de zircone stabilisée est comprimée à l'aide d'une matrice cylindrique et de pistons percés. Les jonctions ainsi fabriquées ont les dimensions suivantes :

épaisseur $e = 1,5 \text{ mm}$

entraxe $d = 1,2 \text{ mm}$

diamètre des fils = $0,51 \text{ mm}$

Ces jonctions délivrent qualitativement un signal thermoélectrique lorsqu'elles sont portées à haute température. Il apparaît cependant que, trop fragiles et non blindées, elles ne permettent pas d'effectuer des mesures systématiques. Nous avons été amenés à réaliser des sondes de faibles longueurs gainées.

I-3-2 Sondes de courtes longueurs

Dans un tube métallique de 2 à 4 cm de longueur, les fils de chromel et d'alumel sont tenus parallèles et noyés dans l'isolant (figure 27). Le dispositif de compression est schématisé sur la figure 28.

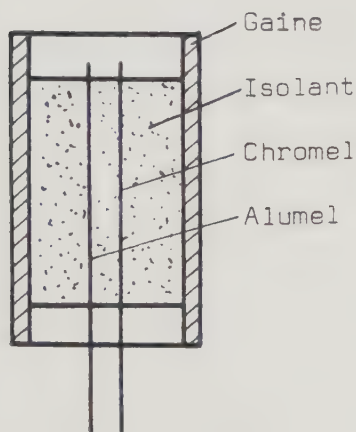
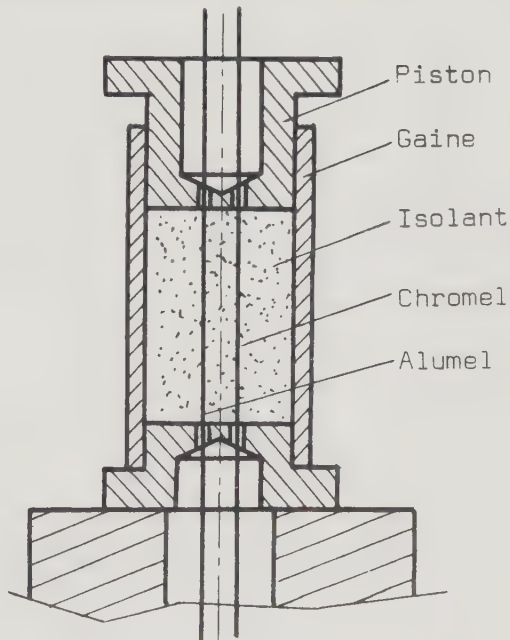


Figure 27 - Sonde

Figure 28
Dispositif de compression

Les pistons percés, permettent le libre passage des fils. La force exercée est de 1,5 tonne, limite au-delà de laquelle le tube de gainage se déforme notablement.

Les gaines, soit en cuivre, soit en acier inoxydable, se présentent sous la forme de tubes ayant les caractéristiques suivantes :

diamètre intérieur	:	10 mm
diamètre extérieur	:	12 mm
2 cm < longueur < 4 cm		
diamètre des fils	:	0,51 mm
entraxe	:	1,2 mm

I-4 Etude expérimentale des sondes de courtes longueurs

I-4-1 Dispositif de mesure

Les sondes sont placées dans un four électrique ADAMEL, réglé à $\pm 1^\circ\text{C}$ dont la température maximale de travail est de 1200°C .

La référence en température est obtenue en plongeant les extrémités des fils thermoélectriques dans deux tubes à essais maintenus à 0°C dans un vase DEWAR contenant de la glace fondante. Deux fils de cuivre amènent ensuite le signal à l'instrument de mesure qui est un enregistreur potentiomètre MECI. L'ensemble de mesure : sonde, fils de liaison, vase DEWAR est entièrement blindé.

La force électromotrice fournie par cette jonction est alors comparée à celle d'un thermocouple chromel-alumel placé à son contact.

I-4-2 Résultats

Les courbes moyennes de la force électromotrice en fonction de la température sont tracées sur la figure 29 pour des sondes gainées de cuivre ou d'acier inoxydable.

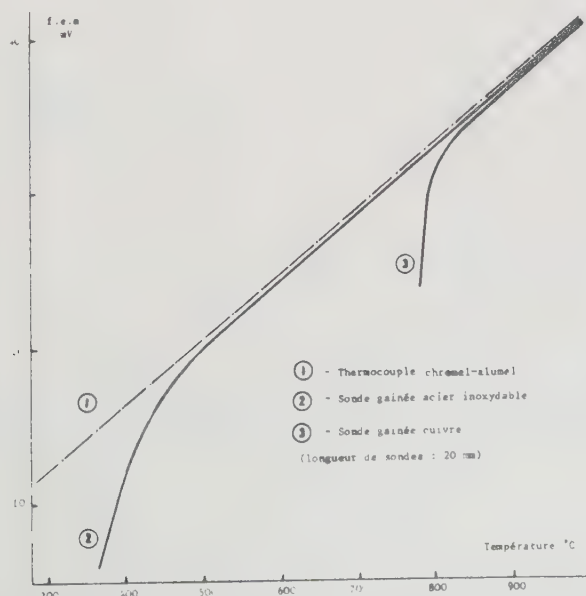


Figure 29 - Réponses thermoélectriques des sondes de courte longueur

Après plusieurs cycles thermiques, la réponse thermoélectrique des sondes gainées de cuivre est très instable au-dessous de 750°C . Nous avons attribué ces anomalies à une oxydation importante du cuivre et à une pollution de l'échantillon ; nous avons abandonné ce type de sondes.

Dans le cas des gaines en acier inoxydable, les résultats sont beaucoup plus intéressants ; la réponse du dispositif est très proche de l'indication du thermocouple au-dessus de 500°C . Ces résultats sont systématiquement reproductibles et les indications obtenues pour diverses sondes s'écartent au maximum de 0,2 mV de la courbe tracée, tant à température croissante qu'à température décroissante, ce qui correspond à une précision de $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

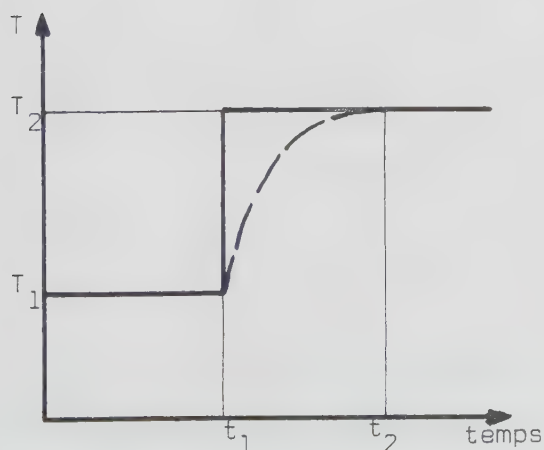
I-5 Etude du temps de réponse des sondes de courte longueur

Nous avons examiné l'influence des propriétés de l'isolant sur le temps de réponse d'une sonde soumise à une brusque variation de température.

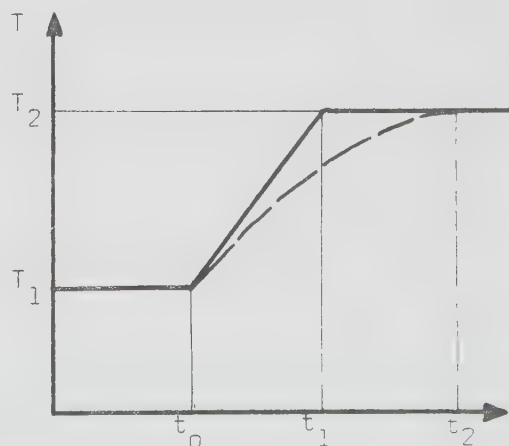
I-5-1 Définition du temps de réponse

On définit habituellement le temps de réponse comme le temps mis par le système de mesure pour repérer 63,2 % de l'écart de température auquel il est brusquement soumis. Cette définition n'est pas applicable dans notre cas ; en effet les courbes de réponse obtenues expérimentalement, au chauffage et au refroidissement, ne sont pas des exponentielles simples.

Considérons la figure 30 a. Si on applique un échelon de température $T = T_2 - T_1$ à la sonde, celle-ci n'atteindra l'équilibre T_2 qu'au bout d'un temps théoriquement infini.



a



b

Figure 30

En pratique, il est physiquement impossible de réaliser un échelon de température et l'on peut schématiser le processus de montée en température par le diagramme de la figure 30 b. Le temps de réponse de l'élément est alors défini comme la limite de $(t_2 - t_1)$ lorsque $(t_1 - t_0)$ tend vers zéro :

$$\tau = \lim (t_2 - t_1) \quad \text{quand} \quad (t_1 - t_0) \rightarrow 0$$

La mesure de t_1 est inaccessible et il est par ailleurs très délicat de déterminer t_2 avec précision (courbe asymptotique).

On peut cependant comparer divers dispositifs thermoélectriques en leur faisant subir le même choc thermique et en définissant le temps de réponse de la manière suivante (30) : si E_2 est la force électromotrice correspondant à la température T_2 on appelle τ le temps mis par la sonde pour indiquer une f.e.m. légèrement inférieure $E_2 - e$. Nous prenons $e = 0,25 \text{ mV}$ ce qui correspond à un écart de -6°C par rapport à T_2 .

I-5-2 Méthode expérimentale

La sonde blindée (gainage mis à la terre pour éliminer les signaux parasites) est placée au-dessus d'un four vertical mobile. La soudure froide est toujours à 0°C . La température T_2 du four est repérée en permanence.

Le four électrique manoeuvré manuellement peut-être amené autour de la sonde qui passe de la température ambiante T_1 à T_2 en moins d'une seconde. La vitesse de transition peut donc être considérée comme infinie. (L'erreur qui découle de cette hypothèse est absolument négligeable).

Le signal fourni par la sonde est enregistré et le temps de réponse est relevé pour différentes températures du four.

I-5-3 Résultats

Nous avons effectué deux séries de manipulations :

- la première concerne le type de sonde décrit à la figure 27. Les deux fils thermoélectriques restent parallèles. La jonction est due uniquement à la variation de résistivité de la zircone dopée.

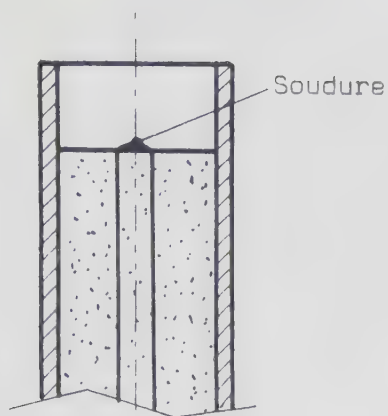


Figure 31

- la seconde nous a permis d'étudier le temps de réponse de sondes légèrement modifiées comme le montre la figure 31. Les deux fils débouchant sont soudés à la limite de l'isolant. La géométrie de la sonde reste la même, sa capacité thermique est pratiquement inchangée. Par contre, le temps de réponse du dispositif ne dépend plus des propriétés électriques de la zircone stabilisée

En comparant les deux courbes de la figure 32 on constate que le temps de réponse des sondes à fils parallèles est supérieur à celui

des sondes à fils soudés. Dans le cas où la jonction thermoélectrique se fait par la zircone, l'équilibre est d'autant plus long à atteindre que la température est basse car l'impédance électrique de l'élément est alors importante.

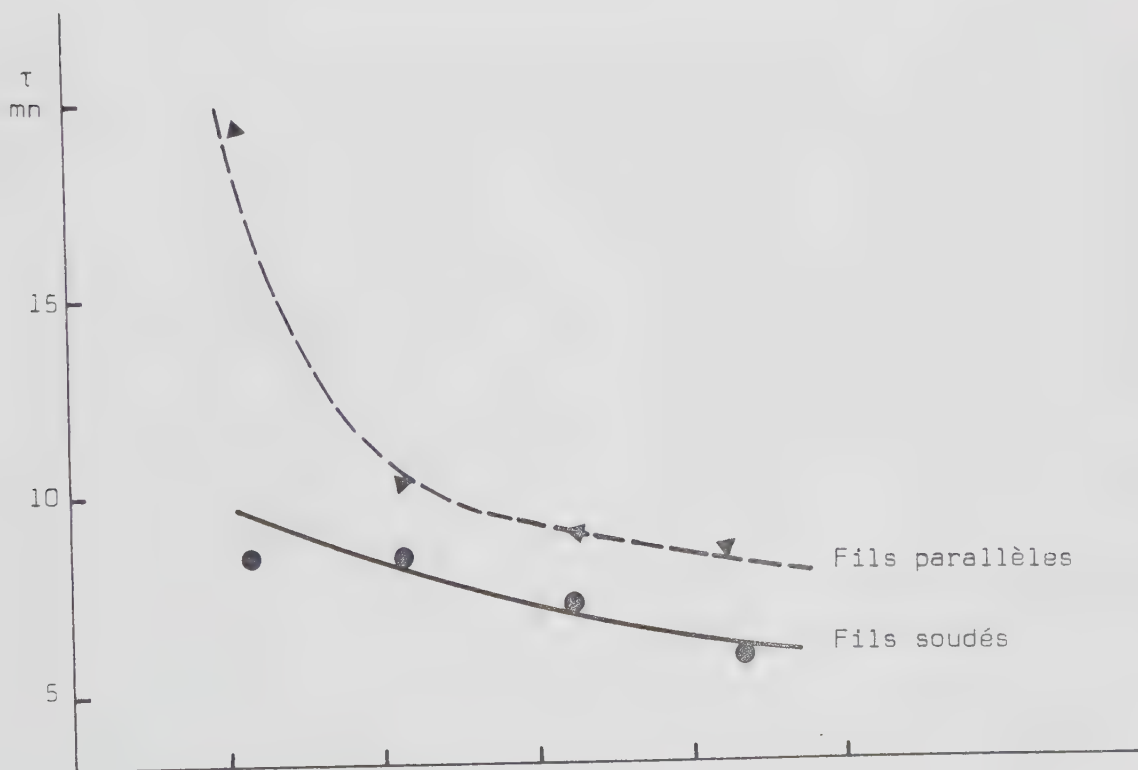


Figure 32 - Temps de réponse

I-6 Conclusion

Ces essais préliminaires nous ont permis de déterminer les meilleures conditions de préparation des matériaux et, plus particulièrement, de mise en forme du mélange de zircon et d'oxyde d'yttrium.

L'étude de jonctions locales concrétisées par des sondes de courte longueur a fourni des résultats positifs concernant le signal thermoélectrique et l'influence de l'isolant sur le temps de réponse.

Nous avons prolongé cette étude par la réalisation de sondes thermiques de longueurs plus importantes afin de vérifier les possibilités offertes pour la localisation d'un point chaud.

II- FABRICATION DES SONDES DE GRANDE LONGUEUR

Pour obtenir des sondes de grande longueur, nous avons appliqué les techniques d'élaboration des thermocouples gainés.

II-1 Principe de réalisation

Les trois fils métalliques (chromel, alumel, nickel-chrome) sont parallèles entre eux et isolés de la gaine par la zircon stabilisée. La figure 33 représente la section du dispositif. Il est nécessaire d'utiliser l'iso-

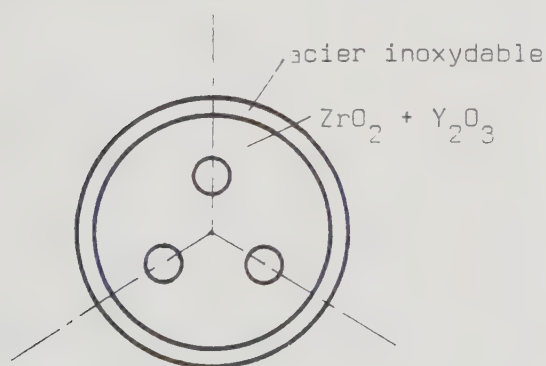


Figure 33

lant central sous forme de perles, ou de baguettes frittées, comportant trois trous pour le passage des fils. Nous avons pensé utiliser une des deux méthodes de réduction homothétique : filage ou martelage. Cette dernière a été retenue pour des raisons pratiques.

L'absence sur le marché français ou étranger de baguettes trifilaires de $ZrO_2 - 10\% Y_2O_3$ imposait, dans un premier temps, une fabrication au labora-

toire des isolants nécessaires. Le premier projet arrêté consistait à réaliser une sonde, gainée acier inoxydable (diamètres 10 mm extérieur, 8 mm intérieur), de 50 cm de long environ. Cet élément a ensuite été martelé à chaud et son diamètre réduit progressivement.

Après vérification de la compatibilité des caractéristiques mécaniques des divers matériaux métalliques (tableau VI) nous avons donc été amenés à résoudre les problèmes suivants :

- fabriquer des perles trifilaires en zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium permettant d'assurer le parallélisme des fils métalliques avant martelage,
- obtenir des éléments gainés de longueur suffisante pour qu'ils puissent être testés en localisation.

Propriétés	Chromel	Alumel	Nickel Chrome 80-20	Acier inox AISI
Point de fusion °C	1430	1400	1380	1450
Coefficient de dilatation $\times 10^6/^\circ\text{C}$	13,1	12,0	7,5	18,8
Densité	8,73	8,60	7,75	7,8
Résistance à la traction (recuit) à 25°C en kg/mm ²	67	60	56	50
Limite élastique à 0,2 % kg/mm ²				19
Allongement minimum à 25°C	27 %	32 %		50 %
Module d'Young hbar 10 ³				19
Résistance à la traction à 950°C kg/mm ²	11,5	9,8		
Allongement à 950°C	29 %	23 %		

TABLEAU VI

II-2 Fabrication des perles trifilaires

A partir du mélange de poudres ZrO_2 et Y_2O_3 (10 % en moles) broyées ensemble, nous avons réalisé des comprimées trifilaires grâce à la matrice

décrite par la figure 34. Le piston, percé de 3 trous de 1,1 mm de diamètre, s'engage sur 3 tiges de 1 mm de diamètre, serties dans le contre piston. La force de compression est de 700 kg. Les perles obtenues (figure 35) sont alors frittées au four à gaz à 2000°C pendant 6 heures.

La diffusion due au frittage provoque une réduction homothétique d'environ 20 %. La densité est alors 5,16. Les perles présentent donc une porosité assez faible puisque les densités respectives de ZrO_2 et Y_2O_3 sont 5,6 et 5,01.

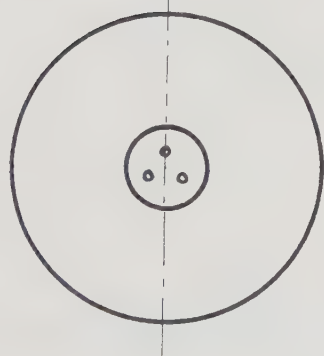
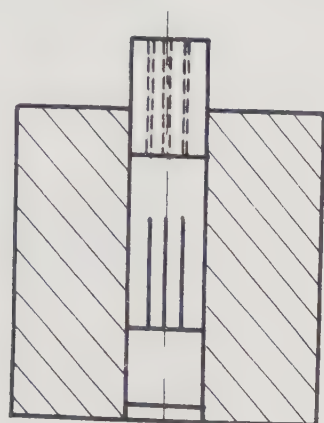


Figure 34
Matrice et pistons

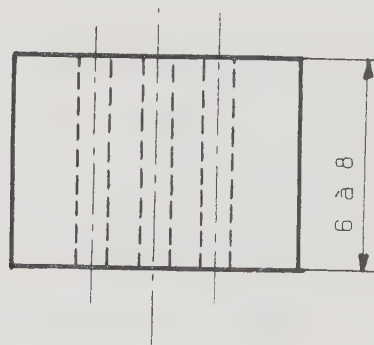
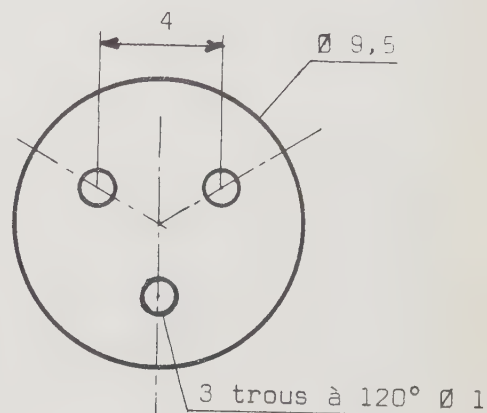


Figure 35
Perles comprimées

II-3 Etude des conditions de martelage sur machine à rétreindre

Le martelage est effectué sur une machine marteleuse-dresseuse CHANAY-MAITROT, en collaboration avec la Société CIME-BOCUZE. Ce type de machine permet de forger en rotation une barre cylindrique, en la soumettant à une série de chocs radiaux au moyen de deux matrices qui tournent autour d'elle. Une telle mise en forme peut être effectuée à la température ambiante ou à température plus élevée par préchauffage (31).

II-3-1 Préparation des ébauches

Des essais systématiques de martelage ont concerné deux types de sondes, les unes montées sans isolant entre la gaine et la zircone dopée, les autres comportant un tube d'alumine intermédiaire.

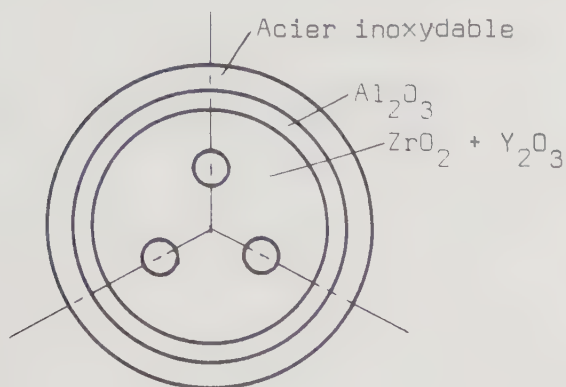


Figure 36

Les configurations initiales sont données sur les figures 33 et 36. Nous appelons "ébauche" l'ensemble monté avant qu'il ait subi les opérations de martelage.

Les deux extrémités de l'ébauche sont goupillées à deux tiges cylindriques en acier inoxydable qui assurent l'étanchéité et permettent le guidage au cours de l'opération (figure 37).

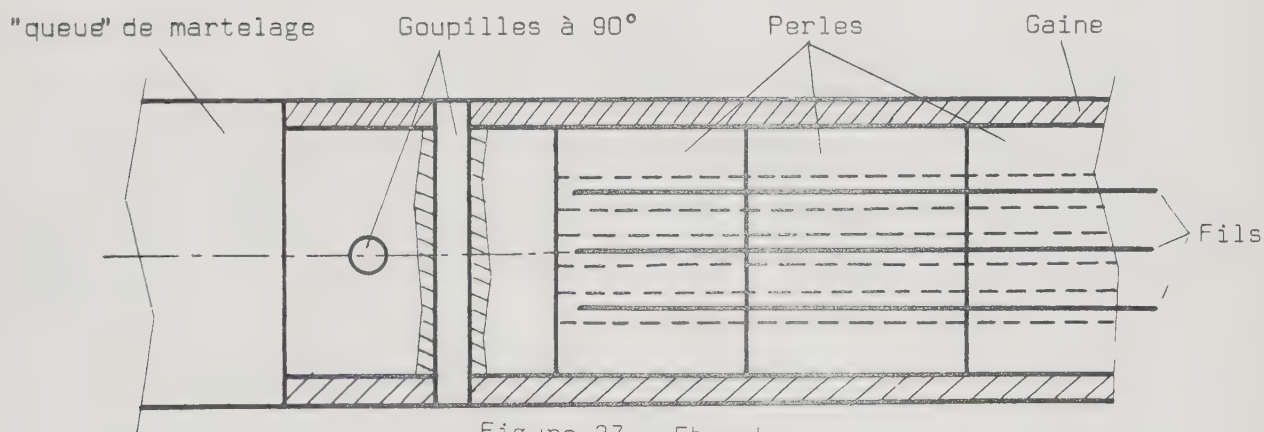


Figure 37 - Ebauche

III-3-2 Dimensions des éléments constitutants de l'ébauche

Les dimensions avant martelage sont les suivantes :

Fils métalliques

chromel : $\varnothing$ 0,81 mm
 alumel : $\varnothing$ 0,81 mm
 nichrome : $\varnothing$ 0,81 mm

Tubes d'alumine :

8 x 12 mm

Perles $ZrO_2 - Y_2O_3$ (10 % en mole) :

$\varnothing$ extérieur : 7,6 à 7,7 mm
 $\varnothing$ des trous : 0,83 mm
 Longueur : 6 à 8 mm
 Entraxe des trous : 3,1 mm

Tubes d'acier inoxydable :

8 x 10 mm ou 12 x 14 mm

II-3-3 Conditions de travail

a) Température

L'ébauche est réchauffée, au four à gaz avant martelage, à une température comprise entre 600°C et 1000°C. On doit cependant noter l'existence d'une erreur dans la détermination par pyrométrie optique de la température (rayonnement de la surface). Remarquons en outre que l'ébauche préchauffée est martelée par des matrices initialement froides, et que l'opération de martelage provoque un dégagement de chaleur (transformation de l'énergie cinétique). Ces conditions opératoires ne peuvent qu'aggraver l'erreur commise lors de cette mesure.

b) Taux de réduction

Si on appelle $\emptyset$ le diamètre sur l'ébauche de la gaine métallique et $\emptyset'$ le diamètre après martelage. On définit le taux de réduction :

$$\gamma \% = \frac{\emptyset - \emptyset'}{\emptyset} \cdot 100$$

c) Pression exercée sur l'échantillon au cours du martelage

Dans le cas de la marteuse CHANAY-MAITROT, la force de compression peut atteindre 10 tonnes (31). La contrainte de compression subie par l'échantillon dépend de la température de travail et de la force appliquée aux matrices.

d) Jeu entre constituants de l'ébauche

La méthode ne nécessite pas de prendre des précautions particulières pour les jeux de montage qui semblent pratiquement rattrapés lors de la première passe de martelage. Cependant, compte-tenu de l'importance de la géométrie du dispositif, nous avons intérêt à les réduire au maximum.

II-3-4 Essais - conclusion

Le tableau VII donne les indications concernant le martelage de 5 échantillons différents.

Seuls les éléments référencés 2, 3 et 5 ont conduit à des résultats de martelage corrects, sans rupture des fils : il faut donc effectuer un pré-

Elément	Isolant intermédiaire	Température de martelage °C	Nombre de passes	Réduction moyenne des passes mm	Diamètre initial mm	Diamètre final mm	γ %	Longueur initiale mm	Longueur finale mm	Longueur utile mm
1	sans	600 à 700	16	0,25	10	6	40	605 avec goupilles	1300 en 2bouts	< 100
2	sans	850 à 950	14	0,21	10	7	30	570 avec goupilles	980	865
3	sans	900 à 1000	19	0,25	10	5,2	48	620 avec goupilles	1965	500
4	Al ₂ O ₃	850 à 950	19	0,25	14	9,30	33,5	600	1305	135
5	Al ₂ O ₃	950 à 1000	10	0,20	14	12	14,3	600	790	720

TABLEAU VII - Martelage

chauffage suffisamment important pour éviter l'écrouissage. Le chauffage se faisant par traversée dynamique du four, la température à coeur de la zircone dépend du diamètre initial et de la vitesse de martelage, cette dernière est toujours de l'ordre de 1 m/mn. Il faut enfin signaler que l'utilisation de perles de faible longueur favorise le cisaillement des fils.

Nous avons donc proposé les conditions d'élaboration suivantes :

- utiliser des perles de zircone dopées de grande longueur (200 à 300 mm),
- diminuer le diamètre initial des perles afin d'abaisser le taux de réduction donc le nombre de passes de martelage,
- si on désire obtenir un grand taux de réduction, le préchauffage devra se faire entre 950°C et 1000°C.

II-4 Etude morphologique

La photographie 40 montre une perle de zircone stabilisée obtenue par frittage au laboratoire. L'analyse cristallographique a confirmé que nous étions bien en présence de la phase cubique (95 %, 5 % monoclinique) et nous avons déterminé le paramètre cristallin, $a = 5,13 \pm 0,01$, en bon accord avec les données bibliographiques (9) (18) (32).

On voit sur la figure 41 les extrémités de trois éléments de grande longueur après martelage.

Nous avons par ailleurs réalisé des radiographies X et γ ainsi que des neutrographies*.

Les rayons X (figure 42) ne permettent pas de mettre en évidence les fils à l'intérieur de la zircone, l'absorption de cette dernière étant trop importante. On distingue cependant très nettement l'interface zircone-alumine et les défauts de cohésion entre perles. Les gammagraphies améliorent peu le contraste entre fils et zircone. Par contre, nous donnons sur les figures 43, des neutrographies intéressantes : les fils, très apparents, présentent de nombreux défauts de parallélisme et de variation de diamètres dûs au cisaillement entre perles et à l'inhomogénéité des jeux de l'ébauche. Ceci est particulièrement grave dans le cas des éléments comportant un isolant intermédiaire (alumine).

* Nous exprimons notre reconnaissance à Madame DESTRIKATS (S.T.A. - CEN SACLAY) qui a effectué très aimablement ces clichés.



Figure 40 - Perle $\varnothing$ 8 mm

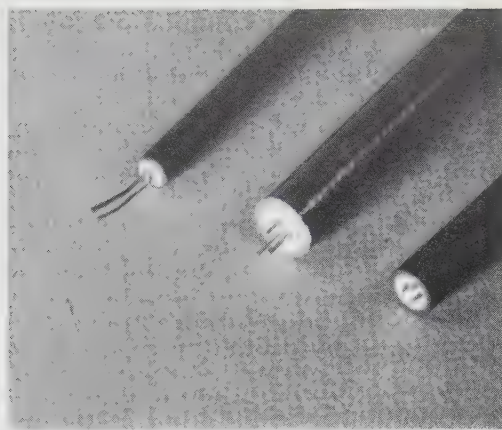
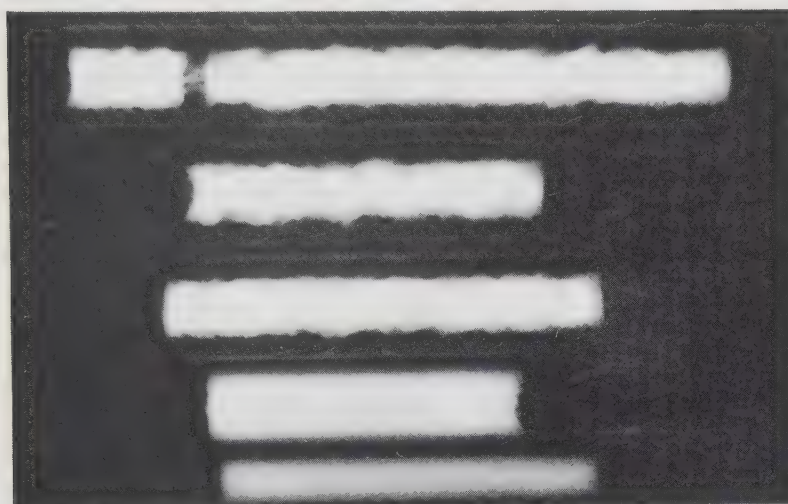
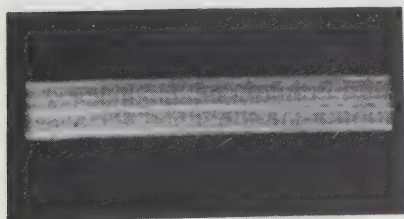


Figure 41 - Eléments martelés
dans l'ordre $\varnothing$ 5, 9, 7 mm

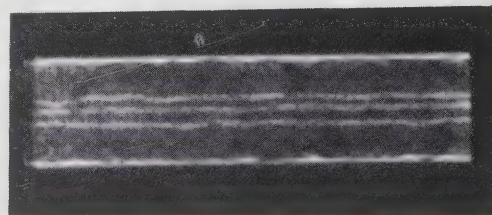


Sondes $\varnothing$ 9 mm
Sonde $\varnothing$ 7 mm
Sonde $\varnothing$ 5 mm

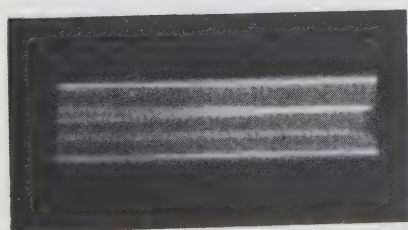
Figure 42 - Radiographies X (200 kV)



a



c



b

Figure 43 - Neutrographie (source tritium)

- a** - Sonde $\varnothing$ 5 mm
- b** - Sonde $\varnothing$ 7 mm
- c** - Sonde $\varnothing$ 9 mm (avec alumine)

III- ETUDE DES PROPRIETES ELECTRIQUES DES SONDES DE GRANDE LONGUEUR

III-1 Détermination des températures : étude de la réponse thermo- électrique

III-1-1 Dispositif expérimental

L'élément traverse un petit four cylindrique atteignant la température maximale de 1000°C . La régulation est effectuée, par l'intermédiaire d'un pyrectron, à $\pm 5^{\circ}\text{C}$ près. Cette oscillation est due à la faible inertie thermique du four. Les forces électromotrices des éléments sont déterminées par la méthode d'opposition au moyen d'un enregistreur MECI Type Speedomax qui donne une précision $\pm 15 \mu\text{V}$ dans les gammes d'utilisation ; cette réponse est comparée à celle d'un thermocouple dont la f.e.m. est mesurée à l'aide d'un millivoltmètre-potentiomètre MECI Type ESPM à $\pm 8 \mu\text{V}$ près.

Les fils de sortie de l'élément, comme pour les sondes de courte longueur, sont raccordés à des cordons de cuivre. L'extrémité commune est plongée dans un bain de glace. La soudure froide est maintenue à 0°C .

Le thermocouple de contrôle, monté de la même manière que l'élément à étudier, assure une précision de mesure de $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

Les f.e.m. délivrées par le dispositif sont relevées, tous les 50°C environ, après stabilisation de la température (paliers de 5 minutes au moins sur l'enregistreur).

Les résistances entre fils sont mesurées avec un pont WAYNE KERR alternatif ($\omega = 10\,000 \text{ rd/s}$), pour éviter la superposition d'un signal continu au potentiel thermoélectrique.

III-1-2 Réponse thermoélectrique de sondes de courte longueur prélevées sur éléments martelés

Sur chacun des éléments fabriqués, quelle que soit sa longueur utile finale, nous avons pu prélever après martelage des sondes cylindriques courtes, analogues à celles que nous avons primitivement élaborées (page 29).

Dans chaque cas nous avons étudié la loi de variation de la force électromotrice en fonction de la température et nous avons comparé les résultats à la courbe d'étalonnage classique du thermocouple chromel-alumel. Les résultats sont consignés sur les figures 44 à 46.

Les essais de reproductibilité montrent que la dispersion des résultats est inférieure à 10°C dans le domaine de températures 500°C - 1000°C . Les valeurs de la f.e.m. obtenue sont inchangées, pour une température fixée, quelle que soit la durée de l'emploi dans la limite de nos expériences (2 à 3 jours).

Nous rappelons, dans le tableau VIII, les caractéristiques des éléments, la réponse thermoélectrique S pour les températures 500°C , 700°C et 900°C , ainsi que l'écart ΔS avec le thermocouple de référence.

$\varnothing$ mm	Voile entre fils et gaine mm	Voile entre fils mm	$\Theta = 500^{\circ}\text{C}$		$\Theta = 700^{\circ}\text{C}$		$\Theta = 900^{\circ}\text{C}$	
			S mV	ΔS mV	S mV	ΔS mV	S mV	ΔS mV
5	0,8	1,2	19,5	-1,15	28,8	-0,34	36,8	-0,56
7	1,0	1,6	20	-0,65	29	-0,14	38	+0,64
9	2,3	1,6	20,2	-0,45	29,1	-0,04	37,4	-0,04

TABLEAU VIII

Remarques :

- Très généralement les sondes étudiées donnent des réponses thermoélectriques très proches de celles du thermocouple de référence. On peut considérer que la sonde est à température isotherme et qu'il n'y a pas d'affaiblissement du signal.

- Pour une impédance entre fils trop forte, supérieure à 8.10^3 ohms, l'enregistreur MECI Speedomax ne permet plus d'effectuer des mesures potentiométriques correctes. C'est le cas pour des températures de point chaud inférieures à 500°C .



Figure 44

Réponse thermoélectrique
Sonde diamètre 5 mm
longueur 30 mm

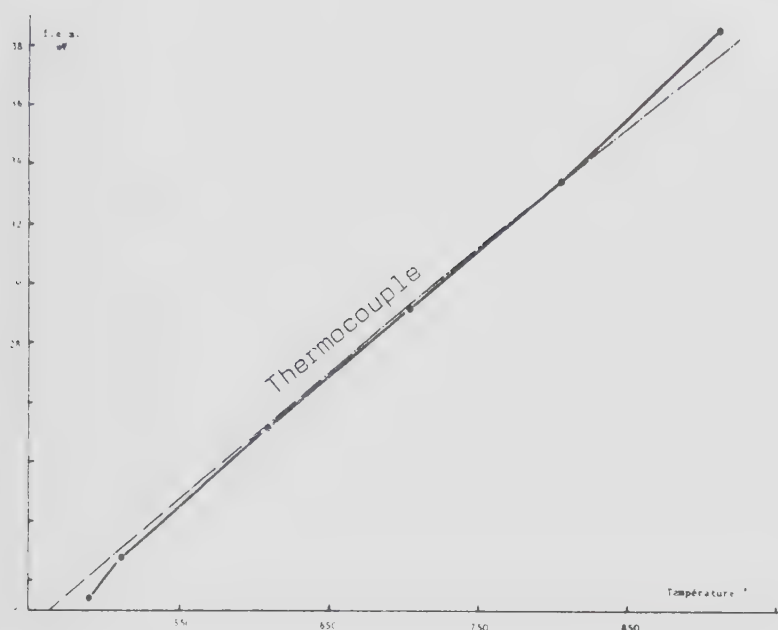


Figure 45

Réponse thermoélectrique
Sonde diamètre 7 mm
longueur 30 mm

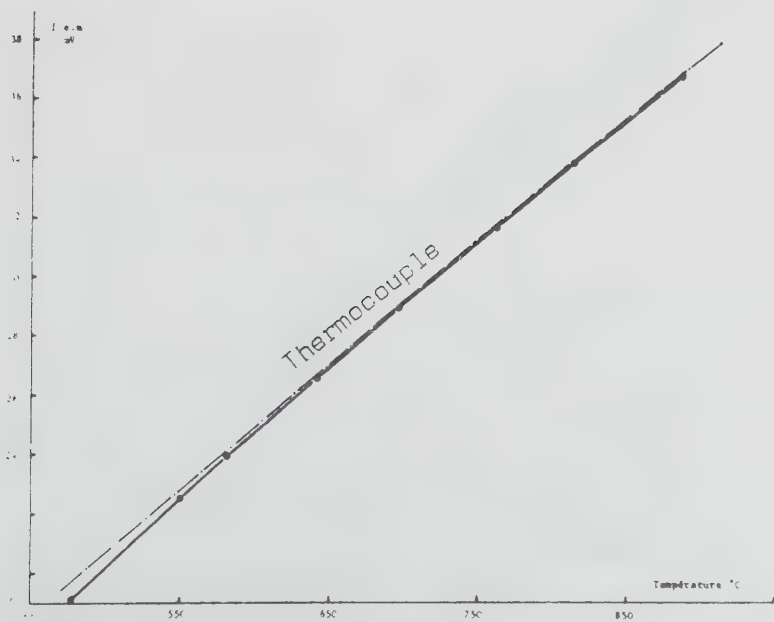


Figure 46

Réponse thermoélectrique
Sonde diamètre 9 mm
longueur 30 mm

III-1-3 Influence de la position du point chaud

Cette étude est effectuée pour un gradient thermique déterminé et représenté sur la figure 47 (four $\varnothing$ 10 mm, longueur 19 cm). Nous avons réalisé successivement plusieurs séries de mesures en centrant le four en trois abscisses différentes du dispositif. Dans chaque cas la variation de la force électromotrice en fonction de la température a été étudiée selon la technique habituelle. Les résultats concernant les éléments de $\varnothing$ 5 mm et 7 mm sont présentés sur les figures 48 et 49.

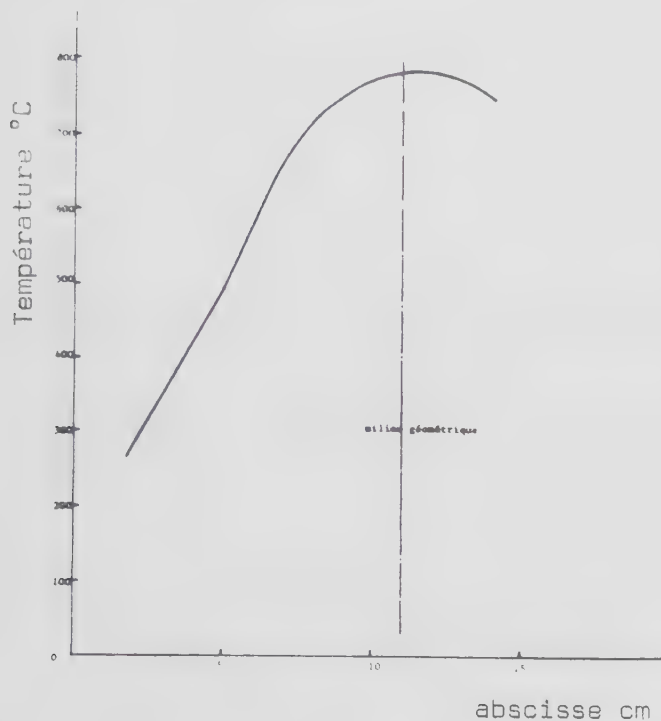


Figure 47
Gradient thermique du four
diamètre 10 mm
longueur 190 mm

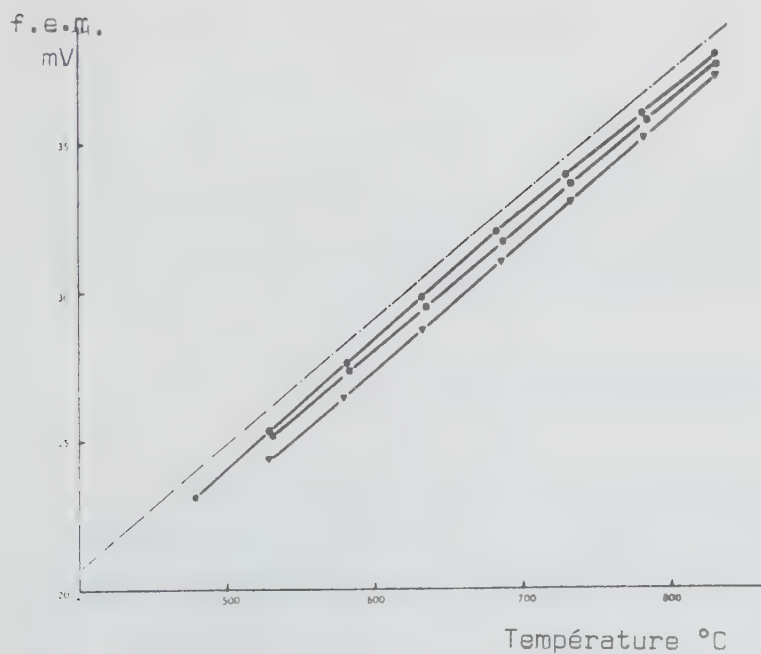


Figure 48
Réponse thermoélectrique
de l'élément martelé
diamètre 5 mm
longueur 500 mm

- ◆ Abscisse 200 mm
- Abscisse 300 mm
- ▼ Abscisse 400 mm
- Thermocouple

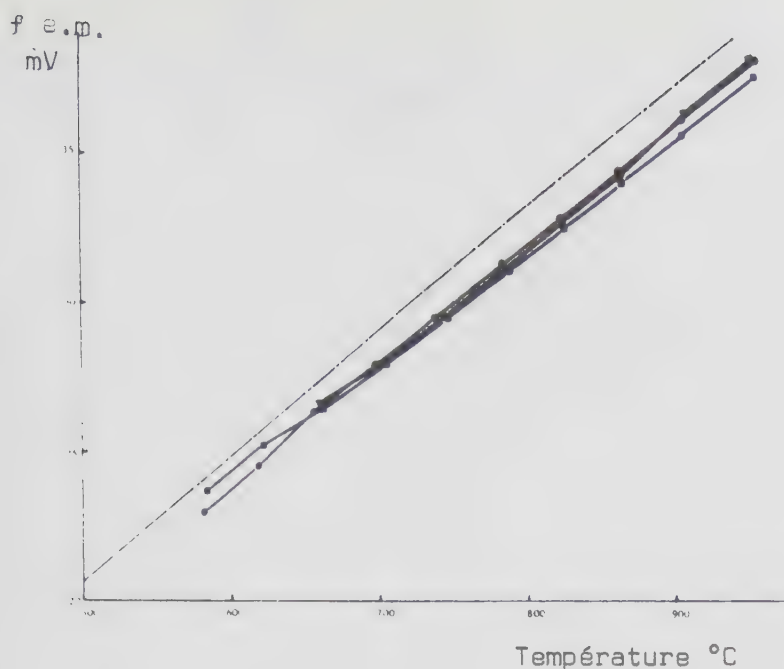


Figure 49
Réponse thermoélectrique
de l'élément
diamètre 7 mm
longueur 750 mm

■ Abscisse 150 mm
● Abscisse 300 mm
▼ Abscisse 450 mm
--- Thermocouple

Nous pouvons alors faire les remarques suivantes :

- 1- Les données thermoélectriques sont stables et reproductibles à partir de 500°C.
- 2- Pour un point chaud donné, la dispersion des réponses en fonction de l'abscisse est de l'ordre du millivolt. On peut tracer une courbe moyenne d'étalonnage valable pour tout l'élément : dans ce cas la mesure de température est assurée à $\pm 15^{\circ}\text{C}$ près.
- 3- La force électromotrice est d'autant plus affaiblie que l'abscisse du point chaud est éloignée de l'extrémité de mesure.
- 4- Des essais identiques ont été menés sur un élément de diamètre 12 mm, dans un four de diamètre 14 mm. On obtient des résultats analogues aux précédents, mais généralement moins satisfaisants : des impédances entre fils trop fortes limitent la gamme d'utilisation au domaine 800°C - 1000°C.

III-1-4 Influence du gradient thermique

Pour tester l'influence du gradient thermique et vérifier l'approche théorique, nous avons été conduits à réaliser plusieurs fours de longueurs différentes, munis de chambres de refroidissement à leurs extrémités.

Pour divers gradients, relevés sur la figure 50, nous présentons sur la figure 51 la réponse thermoélectrique de l'élément de diamètre 7 mm.

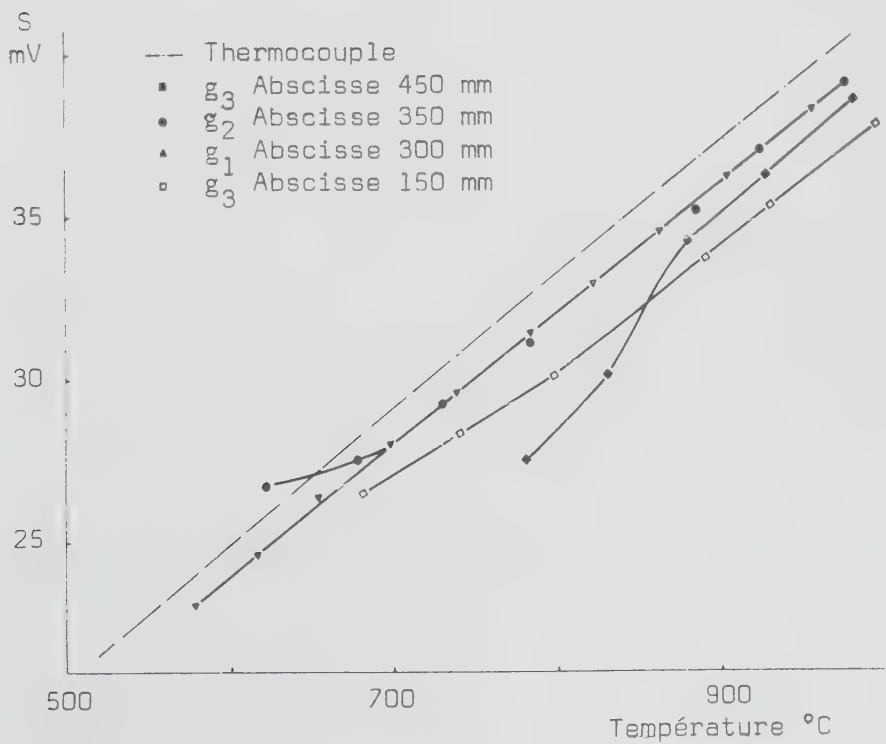
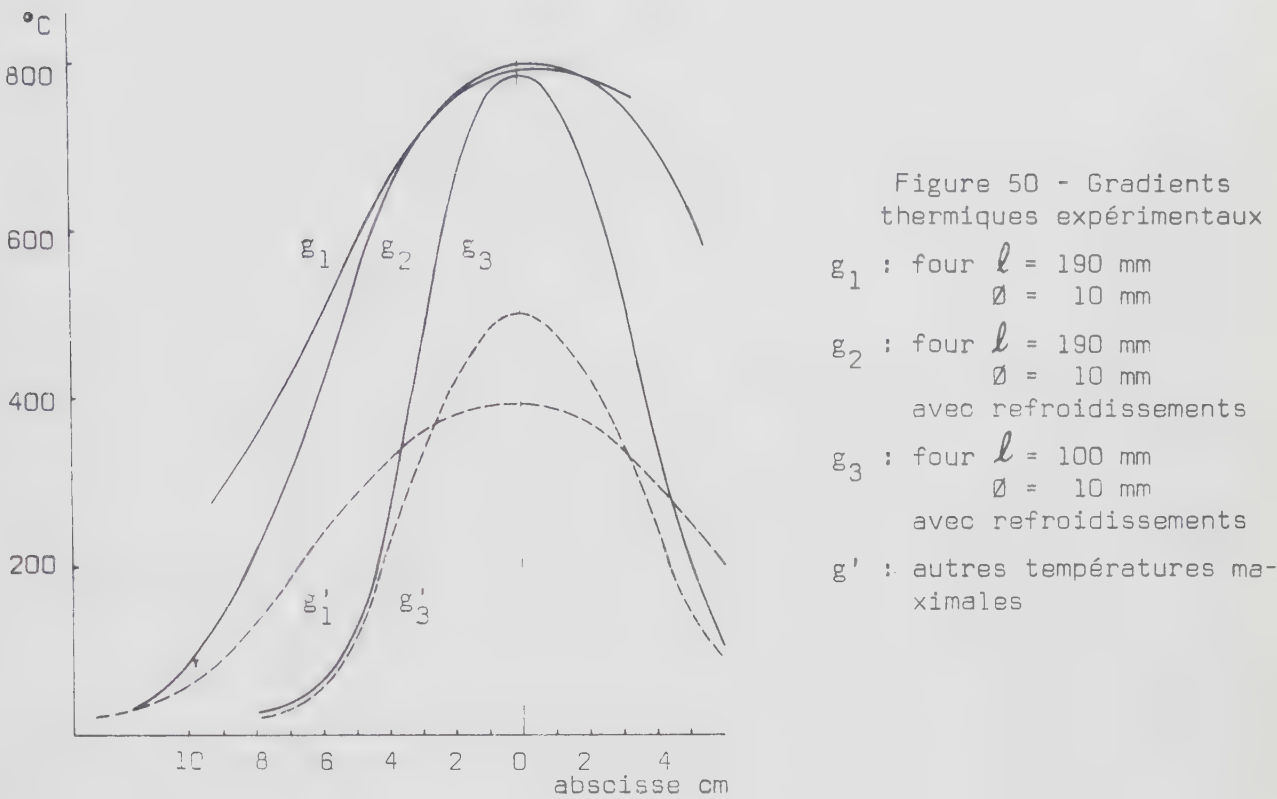


Figure 51 - Réponses thermoélectriques de l'élément $\varnothing 7$ mm

On voit que, pour un gradient trop accentué, la réponse de l'élément gainé est notablement affaiblie et que la précision est affectée. De plus les mesures sont difficilement reproductibles et moins stables.

III-2 Détermination de la position du point chaud

III-2-1 Mesure de la résistance entre fils à partir d'une seule extrémité de l'élément

a) Principe

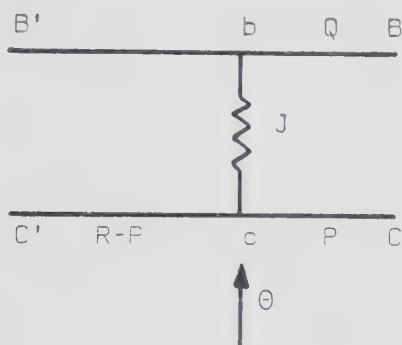


Figure 52
Schéma du dispositif

Le dispositif de mesure est schématisé par deux fils parallèles, B'B et C'C, séparés par la zircone (figure 52).

Lorsque la température Θ du point chaud est suffisamment élevée, la résistance J entre fils devient faible.

La détermination de la position du point chaud pourrait être effectuée par mesure de la résistance entre l'un des fils thermoelectriques et le fil résistif.

La méthode nécessiterait cependant que J soit au plus de l'ordre de la résistance $(P + Q)$ des fils. Cette technique de mesure présenterait l'avantage d'utiliser des fils sortant à une seule extrémité de l'élément.

b) Résultats expérimentaux

La résistance entre fils, pris deux à deux, décroît très vite lorsque la température augmente ; elle est inférieure à 100 ohms pour 1000°C , quel que soit le diamètre de l'élément envisagé, mais la résistance J reste néanmoins trop grande devant la résistance totale ($R \approx 10$ ohms) du fil résistif en alliage nickel-chrome.

Les figures suivantes montrent deux exemples de courbes de variation de la résistance entre fils en fonction de la température.

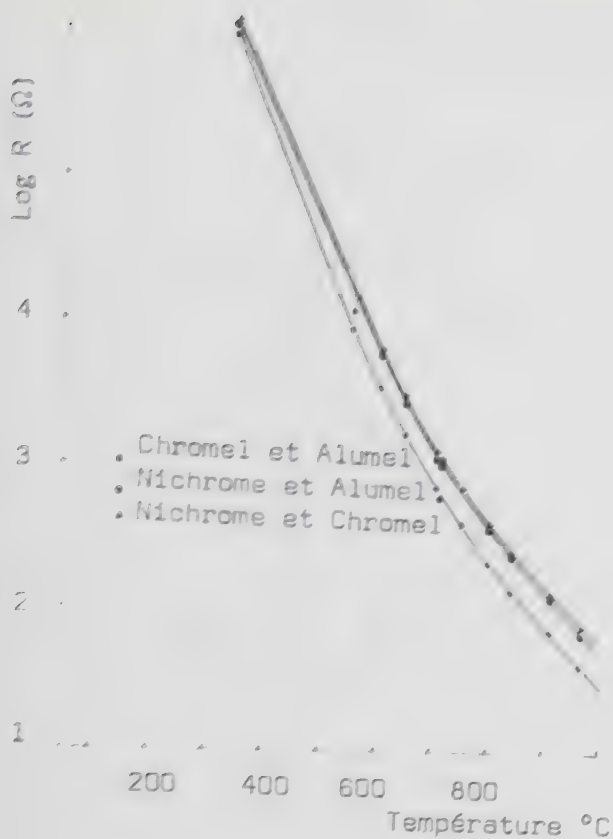


Figure 53 - Résistances entre
fils de l'élément $\varnothing$ 5 mm

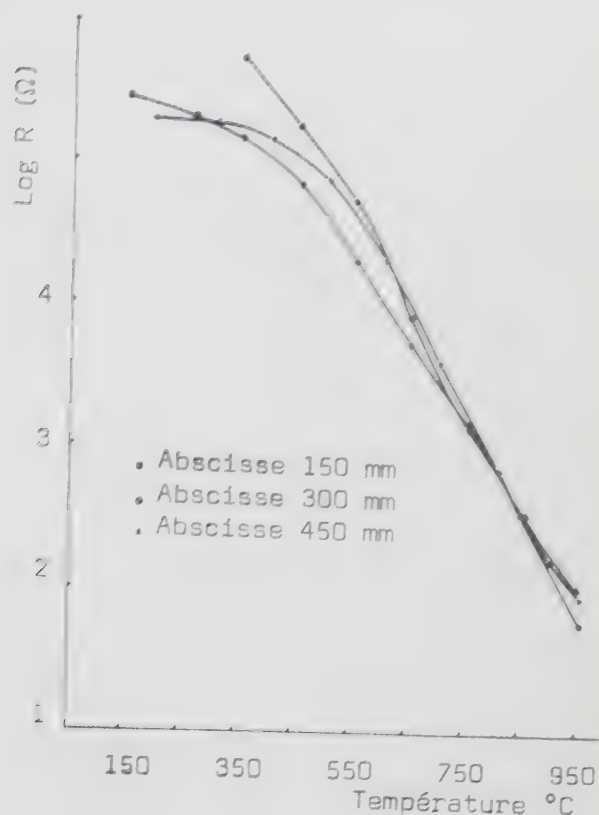


Figure 54 - Résistance entre
Nichrome et Alumel pour dif-
férentes abscisses de l'élément $\varnothing$ 7 mm

Dans le cas de l'élément de $\varnothing$ 5 mm (figure 53), le four est placé au centre de l'élément, à l'abscisse 250 mm. Les résistances sont légèrement plus faibles que celles mesurées sur l'élément de diamètre 7 mm soumis au même gradient. Cette différence est attribuée à une distance entre fils plus petite.

Dans le cas de l'élément de $\varnothing$ 7 mm nous avons donné (figure 54) la variation de résistance entre le fil d'alliage nickel-chrome et le fil d'alumel pour trois abscisses différentes 150, 300 et 450 mm. On voit qu'il y a une certaine dispersion des résultats, en particulier aux basses températures ($\theta < 500^\circ\text{C}$).

En conclusion il n'est pas possible, du moins pour des températures inférieures à 1000°C de localiser le point chaud par cette méthode simple. On peut cependant penser que cette méthode est applicable pour des éléments hautes températures ($1000 - 2000^\circ\text{C}$).

III-2-2 Méthode de localisation par accès aux deux extrémités de l'élément - Montage en pont

a) Principe

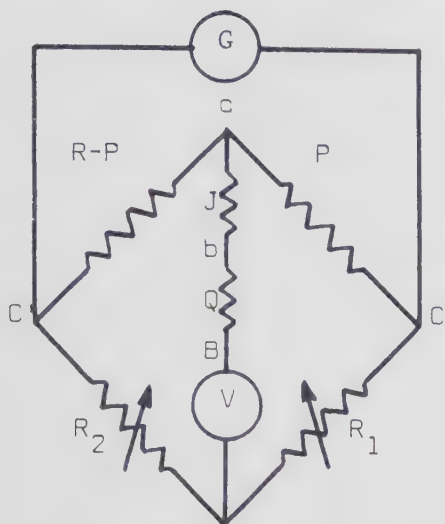


Figure 55

Nous proposons de localiser le point chaud en comparant les résistances (B b c C) et (B b c C') du circuit schématisé sur la figure 52.

On utilise les mêmes notations que dans le paragraphe précédent. Le schéma de mesure est précisé ci-contre (figure 55). G est un générateur basse fréquence. On adopte la fréquence de 1000 Hz, un niveau 0 - 5 volts et une impédance de sortie de 5 ohms. Le choix des basses fréquences s'impose afin de diminuer les effets capacitifs.

V est un détecteur de zéro à grande impédance d'entrée: nous utilisons un oscilloscope permettant de visualiser le millivolt par division (tiroir différentiel).

R_1 et R_2 sont des résistances variables permettant d'obtenir le maximum de sensibilité du pont de mesure.

Pour un point chaud de température Θ , situé à l'abscisse X de l'élément, nous pouvons écrire à l'équilibre du pont :

$$R_2 \cdot P = R_1 (R - P) \quad \text{ou encore :}$$

$$\frac{R_1}{P} = \frac{R_2}{R - P} = \frac{R_1 + R_2}{R}$$

Si la somme $R_1 + R_2$ reste constante, R_1 varie linéairement avec P, donc avec l'abscisse X. Après étalonnage il est alors facile de déterminer la position du point chaud. La somme $R_1 + R_2$ est toujours égale à 100 Ω .

b) Résultats expérimentaux

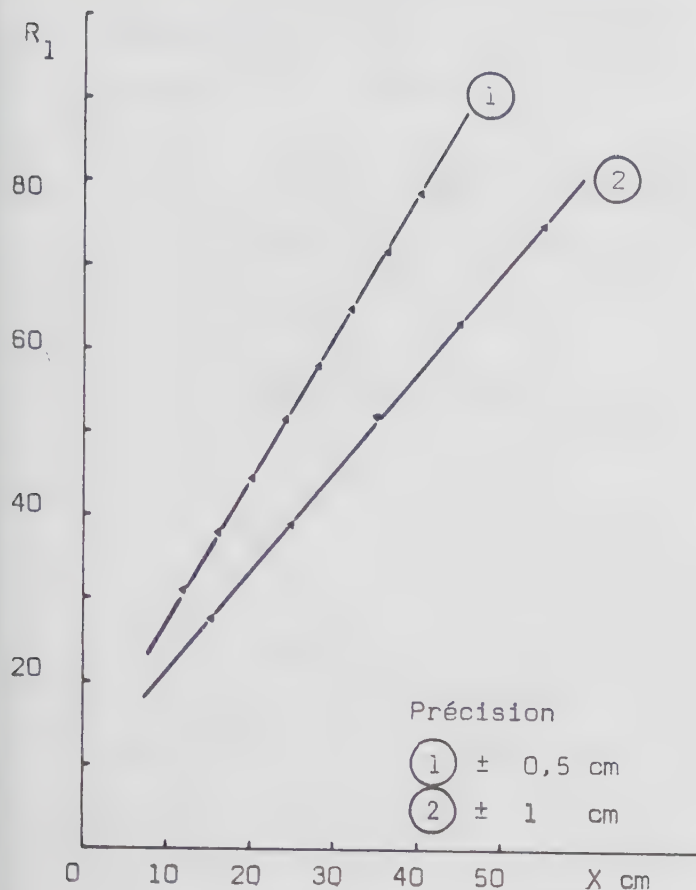


Figure 56 - Localisation

- 1 Elément $\varnothing$ 5 mm
- 2 Elément $\varnothing$ 7 mm

III-3 Accord entre les résultats expérimentaux et la théorie

Les résultats expérimentaux obtenus sont comparés aux résultats calculés d'après le modèle théorique.

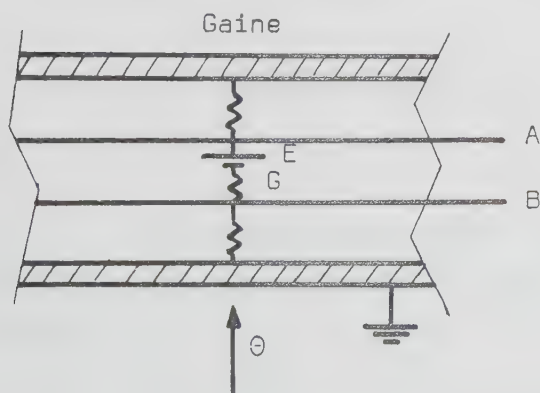


Figure 57

Nous traçons sur la figure 56, pour les éléments déjà étudiés ($\varnothing$ 5 mm et 7 mm), les courbes de localisation $R_1 = f(X)$. La localisation est possible à ± 1 cm près pour $\Theta > 700^\circ\text{C}$ sur l'élément de diamètre 7 mm (longueur 750 mm). On a une meilleure précision pour $\Theta > 650^\circ\text{C}$ sur l'élément de diamètre 5 mm (longueur 500 mm).

Ces résultats sont indépendants du gradient thermique dans la limite des gradients précisés sur la figure 50.

Les f.e.m. thermoélectriques expérimentales sont toujours inférieures à celles prévues par le modèle théorique qui sont elles-mêmes inférieures à la réponse du thermocouple classique. Cet affaiblissement peut s'expliquer par la présence de la gaine qui apporte un shunt supplémentaire dans le circuit théorique (figure 57).

Plus particulièrement, la dispersion des mesures peut être attribuée à une variation des paramètres géométriques due aux conditions d'élaboration de l'élément : si l'un des fils se rapproche de la gaine, le phénomène de "fuite" à la masse est plus important (figure 58).

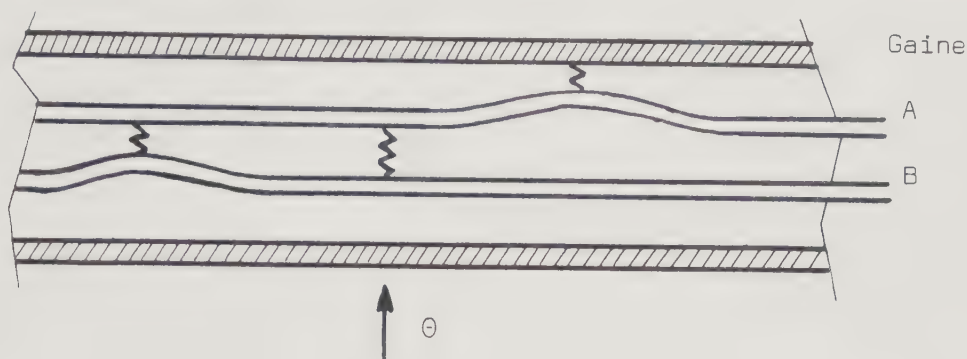


Figure 58

Ces défauts de géométrie dus au martelage pourraient aussi expliquer l'imprécision sur les mesures de localisation pour des températures inférieures à 650°C. A ces températures la diminution de résistance due au point chaud est moins nette et l'équilibre du pont correspond à une abscisse moyenne entre le point chaud et les défauts d'isolement géométriques.

Par ailleurs on a remarqué théoriquement que la force électromotrice est indépendante de la forme du gradient. Ceci n'est pas vérifié expérimentalement et peut s'expliquer par l'existence d'un gradient radial qu'il est difficile de mesurer sur des sondes d'essai d'aussi faibles diamètres. On peut penser en effet que plus le gradient réel est pointu, plus la différence de température entre la surface et le coeur de l'élément est importante.

III-4 Conclusion

Nous pouvons résumer ici les principaux résultats acquis sur des éléments réalisés au Laboratoire.

Les mesures électriques effectuées sur des sondes ou sur des éléments de grande longueur mais de diamètres importants (5 et 7 mm) permettent d'affirmer que :

- le repérage de la température d'un point chaud se fait à 15°C près dans le domaine 500°C - 1000°C,

- la localisation de ce même point chaud est possible avec une précision de 1 cm environ, pour des éléments de mesure de l'ordre du mètre, dans le domaine de températures 650 - 1000°C.

Nous avons élaboré par la suite des éléments, prototypes industriels, de diamètres plus faibles et permettant d'accroître le domaine d'utilisation en particulier pour la localisation.

Troisième Partie

REALISATION ET ETUDES DE PROTOTYPES INDUSTRIELS

I- FABRICATION DE PROTOTYPES

Pour la réalisation des éléments nous avons fait appel aux firmes françaises ayant déjà une expérience dans le domaine des sondes thermoélectriques ainsi que dans le domaine des perles ou tubes en matériaux réfractaires.

La Société MINITUBES nous a fourni les gaines en inconel. La Société DESMARQUEST a fabriqué les éléments trifilaires en zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium. Les opérations de martelage ont été conduites, en collaboration, avec la Société CIME-BOCUZE.

I-1 Réalisation des perles (Société DESMARQUEST - Usine de FERRIERES)

La stabilisation du mélange $ZrO_2 - Y_2O_3$ broyé est obtenue, par fusion en autocreuset, au four à plasma du CNRS à ODEILLO. Le produit obtenu est alors passé dans un broyeur vibrant dont la charge broyante est constituée de cylindres en zircone stabilisée à la magnésie.

La poudre est ensuite additionnée d'une quantité de stéarate de glycol en émulsion dans l'eau : ce mélange permet d'effectuer le filage à froid sur une fileuse à vérin hydraulique. L'outillage est constitué d'une buse de filage et d'un mandrin comportant trois broches destinées à obtenir les trois trous de la pièce.

Le séchage des pièces se fait à température ambiante pendant 24 h, puis en étuve à 60°C. Compte-tenu de leur fragilité, et pour assurer une bonne cohésion lors des opérations ultérieures, on effectue à ce stade un préfrittage à plat, à la température de 1400°C.

Le dernier stade du procédé consiste à cuire les pièces, verticalement pour avoir des tiges rectilignes. La cuisson s'effectue à 1810°C, avec un palier de 2 heures, dans un four à propane. La montée en température se fait en 36 heures. La mise au diamètre est finalement obtenue par rectification à l'outil diamanté.

Sur une partie des perles prévue nous avons déposé par schoopage une couche d'alumine, ayant une épaisseur de 0,25 mm, qui joue le rôle d'isolant intermédiaire.

I-2 Martelage

Le martelage de l'ébauche est analogue à celui de l'élément de grande longueur. Il est cependant effectué à froid en une ou deux passes de quelques dixièmes de mm uniquement destinées à briser les perles et à compacter la poudre autour des fils.

En conclusion on peut signaler que la mise en oeuvre industrielle présente les quelques difficultés suivantes :

- l'obtention de perles conformes à des directives précises est délicate. Les voiles entre fils et entre fils et gaine extérieure ne correspondent en général pas aux cotes demandées,
- la réalisation d'éléments de mesure de très faible diamètre (< 2 mm) est un cap qu'il semble difficile de franchir actuellement. Or, dans le cas de l'utilisation pour l'industrie nucléaire, la miniaturisation est souhaitable.

II- ETUDE EXPERIMENTALE

Nous présenterons les résultats expérimentaux concernant trois types d'éléments industriels dont les caractéristiques sont signalées dans le tableau IX.

Eléments	Type I	Type II	Type III
Diamètre extérieur	3,6 mm	3,6 mm	4,2 mm
Longueur totale (Avant martelage)	1,50 m	1,70 m	1,20 m
Gaine	Inconel	Inconel	Inconel
Perles			
Longueur initiale	50 cm	20 cm	≈ 10 cm
Diamètre initial	2,9 mm	2,9 mm	3,4 mm
Voile entre trous	0,2 mm	0,53 mm	0,53 mm
Voile entre trous et gaine	0,77 mm	0,6 mm	0,85 mm
Diamètre initial des trous	0,53 mm	0,43 mm	0,43 mm
Epaisseur Al_2O_3	0 mm	0 mm	0,25 mm
Fils			
Thermoélectriques : chromel-alumel			
Résistif nichrome			
Diamètre :	0,51 mm	0,40 mm	0,40 mm

TABLEAU IX

Deux éléments du type I ont été réalisés : après martelage nous avons atteint des diamètres extérieurs de 3,45 mm et 3,36 mm. Pour le type II nous avons trois éléments dont les diamètres sont finalement 3,27 - 3,32 - 3,41. Un seul élément comporte un isolant intermédiaire (type III), son diamètre après martelage est de 3,90.

II-1 Repérage de la température

Tous les essais sont faits avec les fours déjà décrits de diamètre 10 mm, longueur 100 mm ou 190 mm. Le matériel de mesure a déjà été précisé.

III-1-1 Réponses thermoélectriques - Influence du gradient thermique

Lors de la mesure de la température de points chauds, situés à différentes abscisses de l'élément, nous avons fait les constatations suivantes :

*Pour les éléments de type I, la température du point chaud peut être évaluée à 20°C près dans le domaine 500°C - 1000°C (figures 59 et 60). On constate alors que ni l'abscisse du point chaud, ni le gradient thermique appliqué à l'élément n'interviennent dans la dispersion des points par rapport à une courbe moyenne. Il existe cependant une zone de l'élément de diamètre 3,36 mm, comprise entre les abscisses 500 et 700 mm, pour laquelle la température ne peut être déterminée, de façon stable et reproductible, qu'à partir de 750°C. Cette zone correspond à la jonction entre deux baguettes trifilaires de l'ébauche.

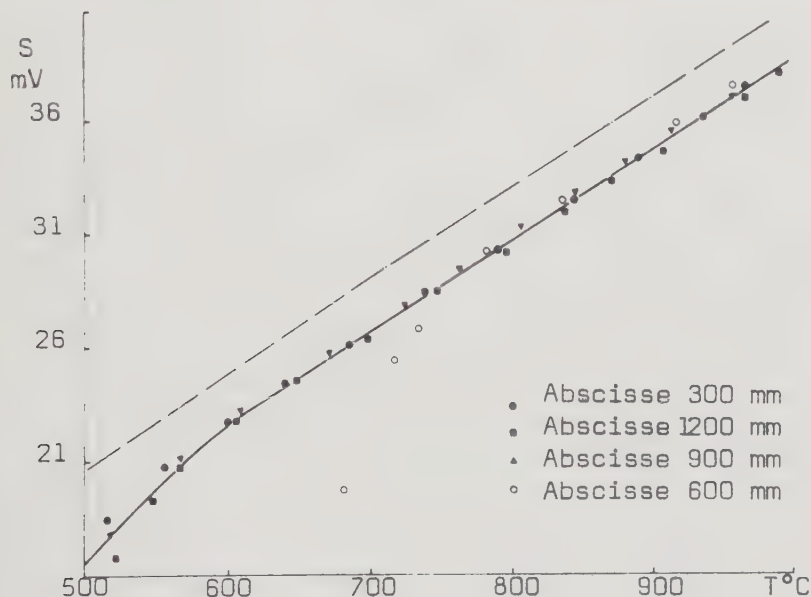


Figure 59
Réponse thermoélectrique
de l'élément
Type I Ø 3,36

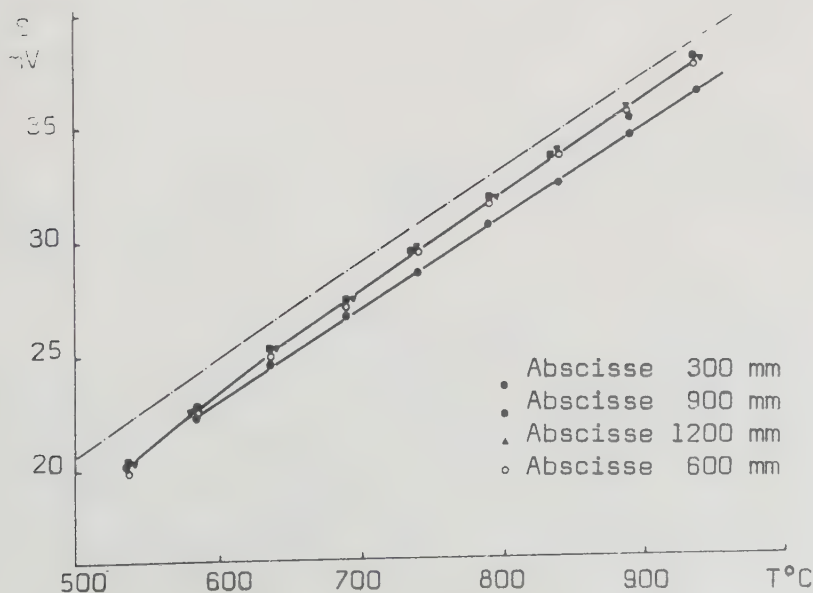


Figure 60
Réponse thermoélectrique
de l'élément
Type I Ø 3,45

* Pour les éléments de type II les mesures de températures sont très irrégulières, nous avons attribué ceci à une trop faible résistance entre fils et gaine.

* Dans le cas de l'élément de type III avec isolant intermédiaire (figure 61) les forces électromotrices obtenues sont plus proches de celles du thermocouple classique. La dispersion suivant l'abscisse est plus faible.

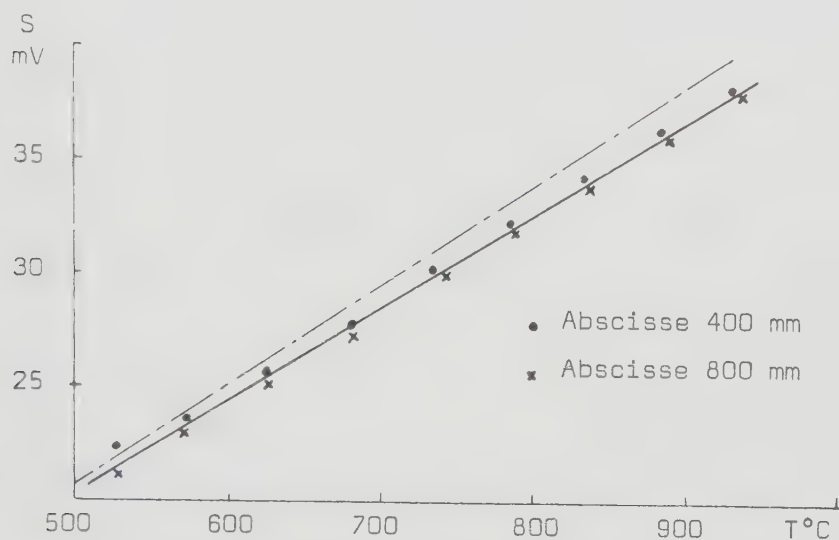


Figure 61 - Réponse thermoélectrique de l'élément type III Ø 3,9

II-1-2 Influence d'un deuxième point chaud sur la réponse thermoélectrique

Un deuxième point chaud est matérialisé sur l'élément par un four cylindrique (four n° 2) du même type que celui utilisé pour l'étalonnage (four n° 1).

Le four n° 1 est maintenu à température fixe. Nous avons relevé alors la réponse de l'élément en fonction de la température du point chaud parasite (four n° 2).

L'influence de la position relative des deux points chauds sur l'élément n'est pas significative. Nous donnons à titre d'exemple sur les figures 62 et 63, les réponses de l'élément de type I, de diamètre 3,45, pour deux températures fixes du four 1. Le four 1 est situé à l'abscisse 1200 mm, le four 2 à l'abscisse 400 mm.

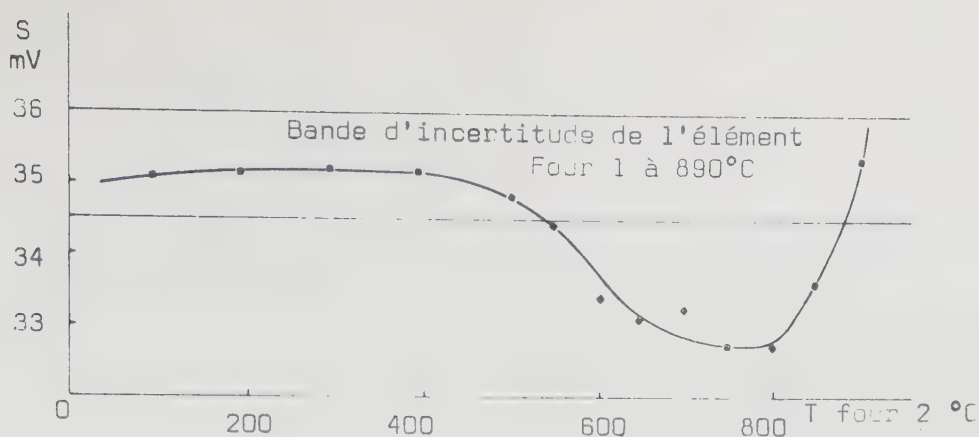


Figure 62 - Influence d'un 2ème point chaud sur l'élément Ø 3,45
Le 1er point chaud est maintenu à 890°C

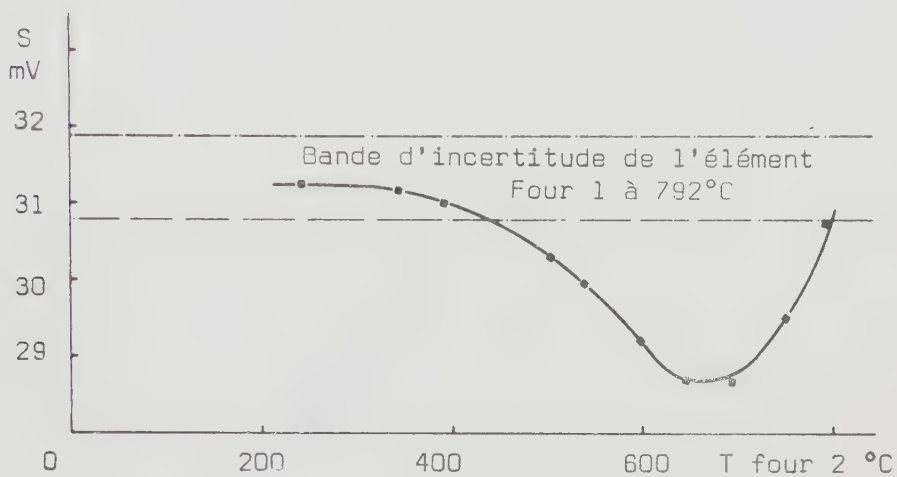


Figure 63 - Dans ce cas le 1er point chaud est maintenu à 792°C

On peut en conclure que jusqu'à 500°C un point chaud parasite n'induit pas d'erreur par rapport à la bande d'incertitude affectée à l'élément. Au-dessus de 500°C la réponse est affaiblie, passe par un minimum puis rejoint la bande d'incertitude lorsque la température du four 2 égale celle du four 1. L'affaiblissement maximal induit une erreur d'environ -50°C.

Ceci est qualitativement explicable par le schéma théorique que nous avons adopté (figure 64).

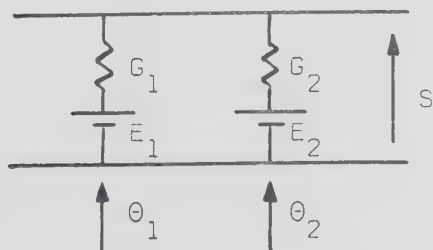


Figure 64

La réponse aux deux points chauds Θ_1 et Θ_2 est :

$$S = \frac{E_1 G_1 + E_2 G_2}{G_1 + G_2}$$

Si $\Theta_1 > \Theta_2$ on a $E_1 > E_2$ et $G_1 > G_2$

alors : $S < E_1$

II-2 Localisation d'un point chaud

II-2-1 Etalonnage

A l'aide du dispositif décrit page 51, nous avons tracé les courbes de localisation $R_1 = f(X)$ pour un élément de chaque type (figure 65).

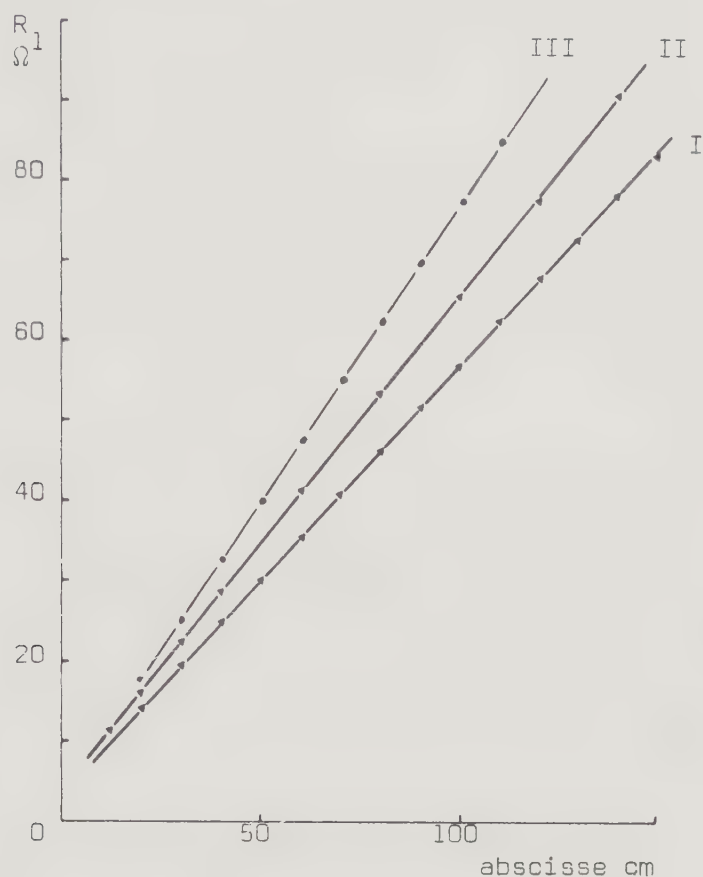


Figure 65 - Localisation.

I Elément type I $\varnothing$ 3,45
 II Elément type II $\varnothing$ 3,27
 III Elément type III $\varnothing$ 3,9

Ces courbes permettent la localisation d'un seul point chaud, de température supérieure à 650°C pour les éléments de types I et III, et à 600°C pour l'élément de type II.

La précision est de ± 1 cm pour les éléments de types II et III et de ± 2 cm pour l'élément de type I. Au-dessous de ces températures, la localisation est encore possible avec une précision d'autant moins bonne que la température est plus faible.

Les éléments de types II et III donnent une meilleure précision du fait que le diamètre du fil résistif est plus faible et donc que sa résistance par unité de longueur est plus importante.

Fil $\varnothing$ 0,4 $\rightarrow$ 8,43 Ω /m

Fil $\varnothing$ 0,51 $\rightarrow$ 5,30 Ω /m

II-2-2 Influence d'un 2ème point chaud sur la localisation

Comme pour l'étude de la réponse thermoélectrique en présence de deux fours, nous examinons ici l'influence d'un point chaud "parasite" de température θ variable, situé à l'abscisse 50 cm sur l'élément de type 1 de $\varnothing$ 3,45. Le point chaud constant est fixé à 800°C à l'abscisse 100 cm.

La courbe $\Delta X = f(T)$ représente l'erreur sur la localisation en fonction de la température du 2ème point chaud (figure 66). Le point chaud "parasite" n'a aucune influence si sa température est inférieure à 450°C. Puis l'erreur induite croît rapidement avec la température. Lorsque les deux points chauds ont même température et même gradient le pont s'équilibre pour une position moyenne.

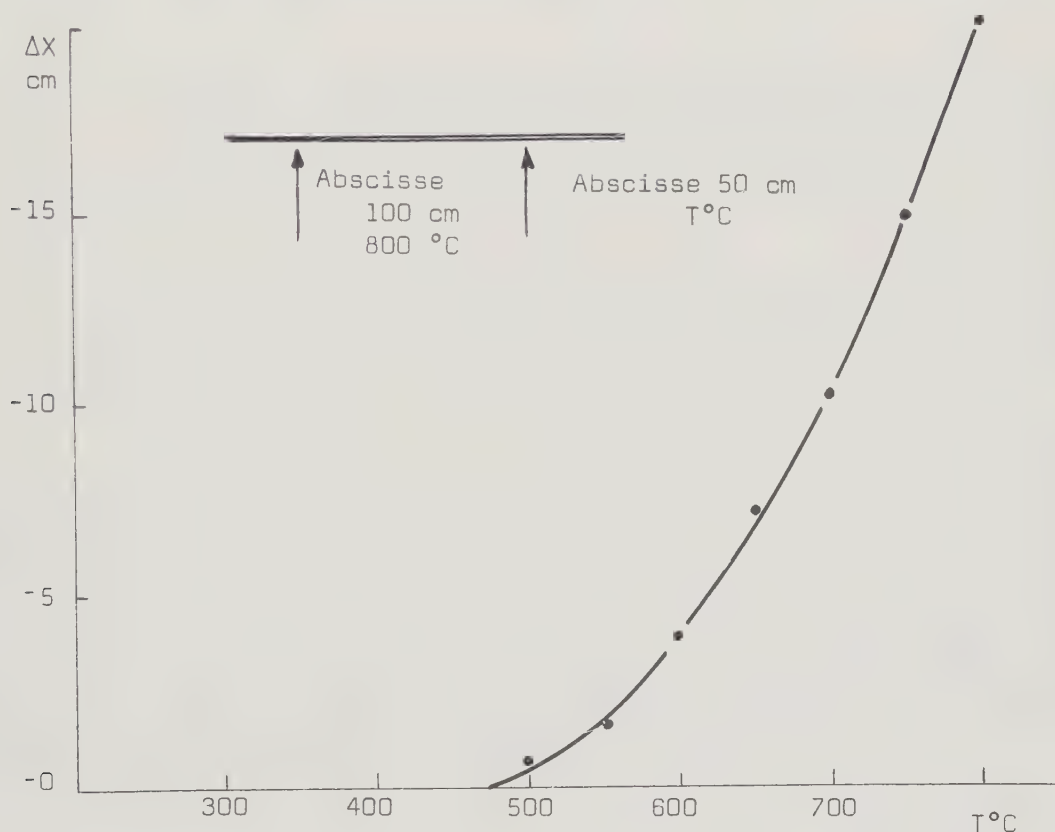


Figure 66 - Influence d'un 2ème point chaud sur la localisation Elément type I $\varnothing$ 3,45

II-3 Conclusion

Les éléments prototypes industriels font apparaître que la mesure de la température d'un point chaud est possible à partir de 500°C et que sa localisation est précise au-dessus de 600°C . Pour atteindre ces résultats il est cependant nécessaire de respecter quelques conditions d'élaboration :

- L'impédance électrique entre fils doit être inférieure à celle entre fils et gaine. Ceci peut être obtenu :
 - soit en diminuant le voile entre trous des perles trifilaires ; le danger est alors d'établir des courts-circuits entre fils au cours du martelage ou lors de la courbure de l'élément dans des applications particulières ;
 - soit en utilisant un isolant intermédiaire, ce qui permet de garder un voile entre trous plus important et de rendre la fabrication et l'utilisation moins périlleuses.
- La géométrie de la section de l'élément doit rester constante, ce qui implique d'employer des perles trifilaires aussi longues que possible et de diminuer les jeux dans le montage de l'ébauche.
- Le martelage doit se faire à froid en une seule passe. D'autres passages entraînent un écrouissage trop important de l'inconel d'où une ovalisation ainsi qu'un mauvais aspect extérieur de la gaine.

En fonctionnement opérationnel les mesures effectuées à l'aide de l'élément ne seront significatives que si l'on peut être assuré qu'il n'existe pas de points chauds parasites supérieurs à 400°C .

CONCLUSION GENERALE

Nous pouvons conclure que l'objectif fixé, initialement, à cette étude a été atteint : nous avons montré que l'élaboration de sondes linéaires, permettant à la fois la localisation d'un point chaud et la détermination de sa température, est possible pour le domaine 500-1100°C.

Les méthodes de fabrication de ces éléments demandent beaucoup d'attention, mais sont maintenant maîtrisées. Leur utilisation qui nécessite l'accès à leurs deux extrémités est relativement simple.

Un brevet d'invention a été déposé (33).

A notre sens, ce travail mériterait d'être poursuivi, afin d'étendre le champ d'application de ces dispositifs. Pour cela il conviendrait, en particulier, que les recherches complémentaires soient orientées vers deux buts :

- l'extension à des températures plus élevées que celles de la présente étude (1000-2000°C),
- la miniaturisation.

Nous proposons pour les hautes températures le maintien de $ZrO_2-Y_2O_3$ comme isolant actif (point de fusion 2750°C). L'isolant intermédiaire s'avère alors indispensable, mais l'alumine ne sera utilisable que jusqu'à 1700°C, température à laquelle elle interagit avec la zircone. Par ailleurs son point de fusion est de 2040°C. La glucine serait donc plus intéressante (point de fusion 2460°C, interaction avec ZrO_2 : 2000°C) ; néanmoins sa mise en oeuvre est délicate. Les alliages thermoélectriques qui couvrent ce domaine sont couramment W 5 % Re - W 26 % Re. Le choix de la nature du fil résistif parmi les métaux ou alliages réfractaires (Mo, W, Nb..) est plus difficile. En effet tous ces métaux présentent de très fortes variations de résistivité avec la température et, de ce fait, la localisation sera erronée si la largeur de la zone chaude devient importante.

Pour de nombreuses applications, et en particulier pour la détection de points chauds sur les gaines d'éléments combustibles de réacteurs nucléaires, la miniaturisation présenterait un très grand intérêt. Le diamètre extérieur devrait être compris entre 0,5 et 1 mm. Le problème le plus important serait alors l'obtention des perles trifilaires correspondantes, mais il ne semble pas qu'il s'agisse là d'une difficulté insurmontable.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) BECKER J.A., GREEN C.B., PEARSON G.L.
Electric. Engin.
1946, 65, Nov., pp. 711-725.
- (2) BENEDICT R.P.
Electric. Manufacturing.
1954, 54, 2, pp. 120-125.
- (3) NIELSEN T.H., LEIPOLD M.H.
J. Amer. Ceram. Soc.
1964, March, p. 155.
- (4) PAIDASSI J., CAILLAT R.
Rev. Int. Hautes Tempér. Réfract.
1968, 5, 1, pp. 27-44.
- (5) ROUANET A.
C.R. Acad. Sc. Paris.
1968, 267, pp. 1581-1584.
- (6) STROTT A.J.
Product Engineering.
1960, October 17, pp. 65-67.
- (7) EZERSKII M.L., KOZLOVA II., POPIL'SKI R.Ya., DEMONIS I.M.
Izv. Akad. Nauk SSSR.
Neorg - Mat - 1968, 4, 9, pp. 1599-1600.
- (8) PATIL R.N., SUBBARAO E.C.
J. Appl. Crystallogr.
1969, 2, 6, pp. 281-288.
- (9) STRICKLER D.W., CARLSON W.G.
J. Amer. Ceram. Soc.
1964, 47, 3, pp. 122-127.
- (10) ELSTON J., MIHAILOVIC Z., ROUX M.
Colloque International M.H.D. Salzbourg (Autriche).
1966, 4-8 Juillet (A.I.E.A.).
- (11) ANTHONY A.M., GUILLOT A., SATA T., BOURGEOIS J.L.
Rev. Int. Hautes Tempér. et Réfract.
1966, 3, 2, pp. 147-155.
- (12) ANTHONY A.M.
Rev. Int. Hautes Tempér. et Réfract.
1970, 7, 4, pp. 365-377.
- (13) GOLDSMITH
Handbook of thermophysical prop. of solid. mat.
1961.
- (14) SALFANG H.
Ceramics Phys. and Chemic. Fundamentals.
1961.

- (15) ANTHONY A.M., BOURGEOIS J.L., FAUCHER M., LOUP J.P.
Symposium on M.H.D. Electrical Power Generation.
Warsaw 1968, Jul. 24-30.
- (16) WOLFF E.G.
Rev. Scient. Instr.
1969, 40, 4, pp. 544-549.
- (17) COLLONGUES R., PEREZ Y JORBA M., LEFEVRE J.
Bull. Soc. Chim. France.
1961, pp. 70-74.
- (18) FORESTIER M., ROBERT G., CAILLET M., DEPORTES C.
Mat. Rés. Bull.
1969, 4, 10, pp. 727-740.
- (19) CAILLET M., DEPORTES C., ROBERT G., VALLIER G., VITTER G.
Rev. Int. Hautes Tempér. et Réfract.
1968, 5, 3, pp. 173-179.
- (20) ANTHONY A.M.
C.R. Acad. Sc. Paris.
1965, 260, pp. 1936-1939.
- (21) BAUERLE J.E., HRIZO J.
J. Phys. Chem. Solids.
1969, 30, pp. 567-570.
- (22) LOUP J.P., MIHAILLOVIC Z., MORVAN P.
C.R. Acad. Sc. Paris.
1965, 261, pp. 109-112.
- (23) CASSELTON R.E.W., SCOTT J.C.
Phys. Letters.
1967, 25 A, 3, pp. 264-265.
- (24) TERNY M.
La mesure des températures.
1962, DUNOD Ed. PARIS.
- (25) FREEMAN R.J.
High Temper. Therm. Seminar.
Oak Ridge National Lab.
1959, October 1-2, pp. 53-68.
- (26) LARRAIN J., BONILLA C.F.
Nucl. Eng. Design. Nederland.
1968, 8, 2, pp. 251, 272.
- (27) VERGNON P., JUILLET F., TEICHNER S.J.
Rev. Int. Hautes Tempér. et Réfract.
1966, 3, 4, pp. 409-419.
- (28) DIXON J.M., LA GRANGE L.D., MERTEN U., MILLER C.F., PORTER J.
J. Electroch. Soc.
1963, 110, 4, pp. 276-280.

- (29) MEADOWCROFT D.B.
J. Mat. Sc.
1969, 4, pp. 768-772.
- (30) VILLAMAYOR M.
Rapport CEA - R. 3182.
1967, Thèse Sc. Appl. LYON.
- (31) SCHLEY R.
1968, Thèse d'Univer. LYON.
- (32) PACE N.G., SAUNDERS G.A., SUMENGEN Z., THORP J.S.
J. Mat. Sc.
1969, 4, pp. 1106-1110.
- (33) Brevet d'invention n° 7 117 203.
déposé le 12/5/71.

NOM DE L'ETUDIANT : PORRAL Gilbert

Nature de la thèse : Docteur Ingénieur

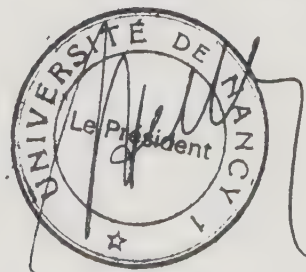
Vu, Approuvé

et permis d'imprimer

du 1552

NANCY, le 1.6.71

Le Président du Conseil de l'Université de NANCY I



J.R. HELLUY

